

Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava

Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství

Katedra materiálového inženýrství

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Hodnocení creepových charakteristik oceli P92 pomocí metody malých vzorků

Evaluation of Creep Properties of the Steel P92 using the Small Punch Testing Method

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Radek Kolomazník**
Studijní program: N3923 Materiálové inženýrství
Studijní obor: 3911T036 Progresivní technické materiály
Téma: **Hodnocení creepových charakteristik oceli P 92 pomocí metody malých vzorků**
Evaluation of Creep Properties of the P 92 Steel using the Small Punch Testing Method

Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

Teoretická část:

1. Creep, žárupevné oceli, ocel P 92
2. Hodnocení materiálových vlastností pomocí metody malých vzorků, metoda Small Punch Creep Test

Experimentální část:

1. SPCT zkoušky oceli P 92
2. Výpočet teplotně-napěťové závislosti doby do lomu pro konvenční creepové zkoušky a SPCT testy
3. Analýza, porovnání a korelace výsledků získaných na obou typech zkoušek, diskuse výsledků a závěry

Seznam doporučené odborné literatury:

- [1] ČADEK, J. *Creep kovových materiálů*. Praha: Academia, 1984. 271 s.
[2] ABE, F.-KERN, T.-U.-VISWANATHAN, R. *Creep-resistant steels*. Cambridge: Woodhead Publishing Ltd. 2008. 678 s. ISBN 9781845694012 (e-book).
[3] CWA 15627, *Small Punch Test Method for Metallic Materials. Part A: A Code of Practice for Small Punch Creep Testing and Part B: A Code of Practice for Small Punch Testing for Tensile and Fracture Behaviour*, Documents of CEN WS21, Bruxelles, December 2007.
[4] MATOCHA, K. *Hodnocení mechanických vlastností konstrukčních ocelí pomocí penetračních testů*. Vyd. 1. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2010. 73 s. ISBN 978-80-248-2223-5.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí diplomové práce: **prof. Ing. Karel Matocha, CSc.**

Datum zadání: 30.11.2016

Datum odevzdání: 10.05.2017

prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc.
vedoucí katedry



prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.
děkanka fakulty

ZÁSADY PRO VYPRACOVÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

I.

Diplomovou prací (dále jen DP) se ověřují vědomosti a dovednosti, které student získal během studia, a jeho schopnosti využívat je při řešení teoretických i praktických problémů.

II.

Uspořádání diplomové práce:

- | | |
|--|------------------------------|
| 1. Titulní list | 6. Obsah DP |
| 2. Originál zadání DP | 7. Textová část DP |
| 3. Zásady pro vypracování DP | 8. Seznam použité literatury |
| 4. Prohlášení + místopřísežné prohlášení | 9. Přílohy |
| 5. Abstrakt + klíčová slova česky a anglicky | |

- ad 1) Titulní list je koncipován podle požadavků příslušné oborové katedry.
- ad 2) Originál zadání DP obdrží student na své oborové katedře.
- ad 3) Tyto „Zásady pro vypracování diplomové práce“ následují za originálem zadání DP. („Zásady pro vypracování diplomové práce“ jsou ke stažení na webových stránkách fakulty).
- ad 4) Prohlášení + místopřísežné prohlášení napsané na zvláštním listu (ke stažení na webových stránkách fakulty) a vlastnoručně podepsané studentem s uvedením data odevzdání DP. V případě, že DP vychází ze spolupráce s jinými právníckými a fyzickými osobami a obsahuje citlivé údaje, je na zvláštním listě vloženo prohlášení spolupracující právnícké nebo fyzické osoby o souhlasu se zveřejněním DP.
- ad 5) Abstrakt a klíčová slova jsou uvedena na zvláštním listu česky a anglicky v rozsahu max. 1 strany pro obě jazykové verze.
- ad 6) Obsah DP se uvádí na zvláštním listu. Zahrnuje názvy všech číslovaných kapitol, podkapitol a statí textové části DP, odkaz na seznam příloh a seznam použité literatury, s uvedením příslušné stránky. Předpokládá se desetinné číslování.
- ad 7) Textová část DP obvykle zahrnuje:
- Úvod, obsahující charakteristiku řešeného problému a cíle jeho řešení v souladu se zadáním DP;
 - Vlastní rozpracování DP (včetně obrázků, tabulek, výpočtů) s dílčími závěry, vhodně členěné do kapitol a podkapitol podle povahy problému;
 - Závěr, obsahující celkové hodnocení výsledků DP z hlediska stanoveného zadání.
- DP bude zpracována v rozsahu min. 45 stran (včetně obsahu a seznamu použité literatury). Text musí být napsán vhodným textovým editorem počítače po jedné straně bílého nelesklého papíru formátu A4 při respektování následující doporučené úpravy - písmo Times New Roman (nebo podobné) 12b; řádkování 1,5; okraje - horní, dolní - 2,5 cm, levý - 3 cm, pravý 2 cm. Fotografie, schémata, obrázky, tabulky musí být očíslovány a musí na ně být v textu poukázáno. Budou zařazeny průběžně v textu, pouze je-li to nezbytně nutné, jako přílohy (viz ad 9).

Odborná terminologie práce musí odpovídat platným normám. Všechny výpočty musí být přehledně uspořádány tak, aby každý odborník byl schopen přezkoušet jejich správnost.

U vzorců, údajů a hodnot převzatých z odborné literatury nebo z praxe musí být uveden jejich pramen - u literatury citován číselným odkazem (v hranatých závorkách) na seznam použité literatury.

Nedostatky ve způsobu vyjadřování, nedostatky gramatické, neopravené chyby v textu mohou snížit klasifikaci práce.

- ad 8) DP bude obsahovat alespoň 15 literárních odkazů, z toho nejméně 5 v některém ze světových jazyků.

Seznam použité literatury se píše na zvláštním listě. Citaci literatury je nutno uvádět důsledně v souladu s ČSN ISO 690. Na práce uvedené v seznamu použité literatury musí být uveden odkaz v textu DP.

- ad 9) Přílohy budou obsahovat jen ty části (speciální výpočty, zdrojové texty programů aj.), které nelze vhodně včlenit do vlastní textové části, např. z důvodu ztráty srozumitelnosti.

III.

Diplomovou práci student odevzdá ve dvou knihařsky svázaných vyhotoveních, pokud katedra garantující studijní obor neurčí jiný počet. Vnější desky budou označeny takto:

nahoře: *Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava*
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra.....

uprostřed: *DIPLOMOVÁ PRÁCE*

dole: *Rok* *Jméno a příjmení*

Kromě těchto dvou knihařsky svázaných výtisků odevzdá student kompletní práci také v elektronické formě do IS EDISON. Práce vložená v elektronické formě do IS EDISON se musí zcela shodovat s prací odevzdanou v tištěné formě.

IV.

Nesplnění výše uvedených zásad pro vypracování diplomové práce může být důvodem nepřijetí práce k obhajobě. O nepřijetí práce k obhajobě rozhoduje v tomto případě garant příslušného studijního oboru. Tyto zásady jsou závazné pro studenty všech studijních programů a forem diplomového studia fakulty metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské - Technické univerzity Ostrava od akademického roku 2016/2017.

Ostrava 2.12.2016



Prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.

děkanka fakulty metalurgie a materiálového inženýrství
VŠB-TU Ostrava

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- jsem byl seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. – autorský zákon, zejména §35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního (§60 – školní dílo);
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB – TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst. 3);
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude archivována v elektronické formě v databázi Ústřední knihovny VŠB – TUO a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO;
- bylo sjednáno, že s VŠB – TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona;
- bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB – TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB – TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že odevzdáním své diplomové práce souhlasím s jejím zveřejněním podle zákona č. 111/1998Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (Zákon o vysokých školách) bez ohledu na výsledek její obhajoby.

Místopřísežně prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci vypracoval samostatně.

V Ostravě 1.5.2017

Radek Koloman

podpis (jméno a příjmení studenta)

ABSTRAKT

V teoretické části je popsán vývoj a využitelnost moderních materiálů v tepelné energetice, zejména modifikovaných žárovevných 9–12 % Cr ocelí se zaměřením na ocel P92. U těchto ocelí je popsán vývoj, chemické složení, tepelné zpracování a jeho vliv na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti. Dále jsou v této části popsány principy metody SPCT pro testování creepových charakteristik materiálů pomocí metody malých vzorků.

V experimentální části jsou diskutovány výsledky laboratorních zkoušek SPCT u oceli P92 ve dvou teplotních režimech při několika zatíženích. Dále jsou porovnány dosažené výsledky těchto testů s výsledky klasických creepových zkoušek za jednoosého tahu.

KLÍČOVÁ SLOVA

9–12 % Cr modifikované žárovevné oceli, ocel P92, creep, creepové zkoušky malých vzorků (SPCT).

ABSTRACT

The theoretical part describes the development and usability of modern materials in thermal energy, mainly modified creep resistant 9 – 12 % Cr steels with a focus on the P92 steel. At this steel describes development, chemical composition, heat treatment and its impact on microstructure and mechanical properties. Furthermore this part describes principles SPCT methods for testing creep characteristics of materials by using small samples.

In the experimental part, we discuss the results of laboratory tests SPCT for the P92 steel in two temperature regimes at several loads. In addition, the results of these tests are compared with the results of the classic creep tests for uniaxial tension.

KEYWORDS

9–12 % Cr modified creep resistant steel, steel P92, creep, small punch creep test (SPCT).

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych chtěl poděkovat mému vedoucímu panu prof. Ing. Karlu Matochovi, CSc a panu Dr. Ing. Zdeňku Kuboňovi za jejich odborné vedení a cenné rady, které mi v průběhu zpracování mé diplomové práce poskytoval.

Tato diplomová práce vznikla za přispění projektů Studentské grantové soutěže SP2017/60 Rozvoj experimentálních metod charakterizace struktury a vlastností technických materiálů a SP2017/58 Specifický výzkum v metalurgickém, materiálovém a procesním inženýrství.

OBSAH

1	ÚVOD.....	10
2	CREEP.....	12
3	ŽÁROPEVNÉ OCELI.....	14
3.1	Modifikované žárovevné 9 – 12 % Cr oceli	15
3.2	Modifikovaná žárovevná ocel P92	17
3.3	Chemické složení a vliv legujících prvků.....	17
3.3.1	Uhlík, dusík, bor	18
3.3.2	Chrom	18
3.3.3	Wolfram a molybden	19
3.3.4	Křemík	19
3.3.5	Vanad, niob.....	19
3.3.6	Mangan, nikl.....	20
3.4	Tepelné zpracování a mikrostruktura	20
3.4.1	Delta ferit.....	21
3.4.2	Karbidy $M_{23}C_6$	22
3.4.3	Částice fáze typu M ₂ X a MX	23
3.4.4	Z-fáze	23
3.4.5	Lavesovy fáze	24
3.5	Mechanické vlastnosti	25
4	HODNOCENÍ MATERIÁLOVÝCH VLASTNOSTÍ POMOCÍ METODY MALÝCH VZORKŮ.....	27
4.1	Odběr vzorku pro penetrační testy.....	27
4.2	Metodika zkoušení vlastností materiálů pomocí penetračních testů	29
4.3	Princip a typy penetračních testů.....	29
4.4	Stanovení mechanických charakteristik z výsledků penetračních testů	30
4.4.3	Odhad lomové houževnatosti	32

4.5	Creepová zkouška malých vzorků (Small Punch Creep Test - SPCT).....	33
4.5.1	Stanovení creepových charakteristik z výsledků SPCT zkoušek	35
5	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	37
5.1	Chemické složení a mechanické charakteristiky materiálu	37
5.2	Creepové testy na malých vzorcích (SPCT)	38
5.2.1	Příprava zkušebního zařízení pro SPCT a průběh zkoušky	39
5.2.2	Výsledky SPCT oceli P92	41
5.3	Creepové zkoušky jednoosým tahem	47
5.3.1	Výsledky tahových creepových zkoušek	47
5.4	Korelace mezi výsledky SPCT a konvenčních creepových zkoušek oceli P92 ...	50
6	DISKUZE VÝSLEDKŮ	54
7	ZÁVĚR	57
	SEZNAM ZKRATEK A SYMBOLŮ	58
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	60

1 ÚVOD

V současné době kdy neustále roste poptávka po elektrické energii (neustálý průmyslový rozvoj, zvyšování zajištění), jsou základními kritérii této produkce převážně cena a hodně diskutovaná ekologie. Z důvodů ekologie a možného nedostatku fosilních paliv se neustále zvyšuje podíl elektrické energie, která je získávána z alternativních zdrojů, jako jsou jaderné, větrné, vodní a solární elektrárny, nebo elektrárny na spalování biomasy. Ale i tyto zdroje elektrické energie mohou mít problémy se svým fungováním. Větrné, vodní a solární elektrárny jsou závislé na přírodě, pokud nefouká vítr, neprší, je sucho nebo zataženo, mají tato zařízení velmi snížený výkon. A zároveň to platí i naopak, pokud příroda funguje tak, aby zařízení správně fungovala, může docházet k vytvoření nadbytku elektřiny a zařízení se musí vypínat, z důvodu nedostatku rozvodných soustav. V dnešní době kdy se neustále mění počasí v ročních obdobích, to může být problém. To sice neplatí pro jaderné elektrárny, ale vybudování jaderné elektrárny je velmi nákladné (časově i finančně), stejně tak i údržba a časté kontrolní odstávky. Navíc mnoho lidí má strach z poškození těchto zařízení a případné ekologické havárie.

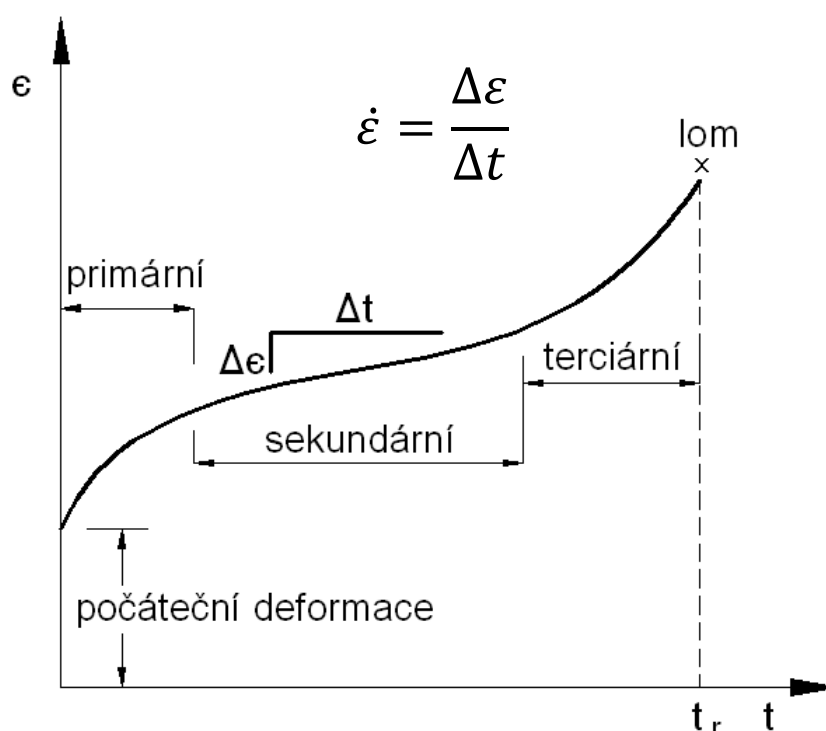
I přes neustálé zvyšování podílu těchto alternativních zdrojů elektrické energie jsou elektrárny na fosilní paliva primárním zdrojem elektřiny ve většině Evropy. Proto se neustále hledají a vyvíjejí nové materiály, které by zvýšily efektivitu energetických celků zvýšením parametru páry, tedy teploty a tlaku, a tím se zvýšilo množství vyprodukované energie a zároveň snížil emisní dopad na životní prostředí snížením spotřeby paliva. V současnosti jsou parametry páry používané v elektrárnách pro teplotu v rozmezí 600–620 °C a tlaku 25–30 MPa. Tyto pracovní parametry páry, při kterých zařízení pracují, se označují jako USC (ultra super critical). U nových energetických zařízení se předpokládá zvýšení těchto parametrů až na 650–700 °C a nad 35 MPa, tím by mělo dojít ke zvýšení účinnosti těchto zařízení ze současných přibližně 45 % na více než 50 %. Při tomto zvyšování požadavků se musí nalézt materiály pro výrobu komponent kotlů a turbín (např. membránové stěny, trubky přehříváků, parovody, rotory a lopatky turbín), které by při těchto parametrech vydržely minimálně dvě stě tisíc hodin provozu.

Jako jedna z nejvýznamnějších skupin ocelí pro použití v prostředí s USC parametry se ukázaly modifikované žárovevné oceli s obsahem 9 – 12 % chromu. Aby se tyto oceli mohli využívat v prostředí přehřáté páry, musejí mít vysokou odolnost proti creepu a zároveň i značnou odolnost proti korozi. Mezi často využívaný materiál tohoto typu patří ocel P92.

Tato práce se zabývá zkoumáním mechanických a creepových charakteristik oceli P92 (9Cr1,8W0,5Mo), která patří do skupiny žárovevných modifikovaných 9–12 % Cr ocelí, pomocí creepových testů prováděných na malých vzorcích (SPCT - Small Punch Creep Test). Dále se zabývá analýzou zjištěných výsledků pomocí metody SPCT, výpočtem teplotně-napěťové závislosti doby do lomu, porovnání s výsledky získané pomocí klasických creepových zkoušek při namáhání tahem a nakonec vzájemnou korelací zjištěných výsledků mezi těmito metodami [1, 2].

2 CREEP

Creep je pomalá časově závislá, nevratná plastická deformace za dlouhodobého působení konstantního vnějšího zatížení (napětí) při zvýšené teplotě, která je obvykle vyšší než 0,4 násobek absolutní teploty tání (T_m) daného materiálu. Působící napětí bývá obvykle nižší než mez kluzu materiálu za dané teploty. Výsledky testů mohou být znázorněny jako křivky tečení (Obr. 1), které představují grafickou závislost změny prosloužení (deformace) na čase [3, 4, 5, 6].



Obr. 1: Schematické znázornění křivky tečení [5].

Tyto křivky popisují tři stadia tečení. V prvním stadiu, tedy v primárním (tranzitním) creepu dochází na začátku k relativně malé pružné deformaci s poměrně vysokou deformační rychlostí, tato rychlost postupem času klesá, až dosahuje velmi malých hodnot (oblast přechodu z primární do sekundární oblasti). Toto zpomalení nastává v důsledku výraznějšího deformačního zpevnění oproti odpevnění [3, 4, 5, 6].

Při sekundárním (stacionárním) creepu dosahuje deformační rychlost minimální hodnoty díky procesu zotavení, který kompenzuje účinky deformačního zpevnění. Sekundární creep nastává jen při dostatečně vysoké teplotě, tzn. při teplotě prostředí vyšší než 0,4 T_m . Z inženýrského hlediska je oblast sekundárního creepu nejdůležitější, protože představuje podstatnou část životnosti dané konstrukční části, v běžných provozních podmínkách trvá

desítky až stovky tisíc hodin. V oblasti terciálního creepu (zrychlené tečení) dochází k prudkému nárůstu creepové rychlosti, což je jednak způsobeno nárůstem napětí, ke kterému dochází vlivem poklesu nosného průřezu součástí (prodlužování zkušební tyče, zvětšování průměru a ztenčení stěny trubek), jednak také změnami ve struktuře. Ty jsou způsobeny jednak růstem a hrubnutím částic sekundárních fází, které tak postupně ztrácejí svůj zpevňující charakter, ale hlavně tvorbou kavit a rozvojem kavitačního poškození podél hranic zrn, což má nakonec za následek konečný creepový lom, který se vyznačuje interkrystalickým charakterem [3, 4, 5, 6].

3 ŽÁROPEVNÉ OCELI

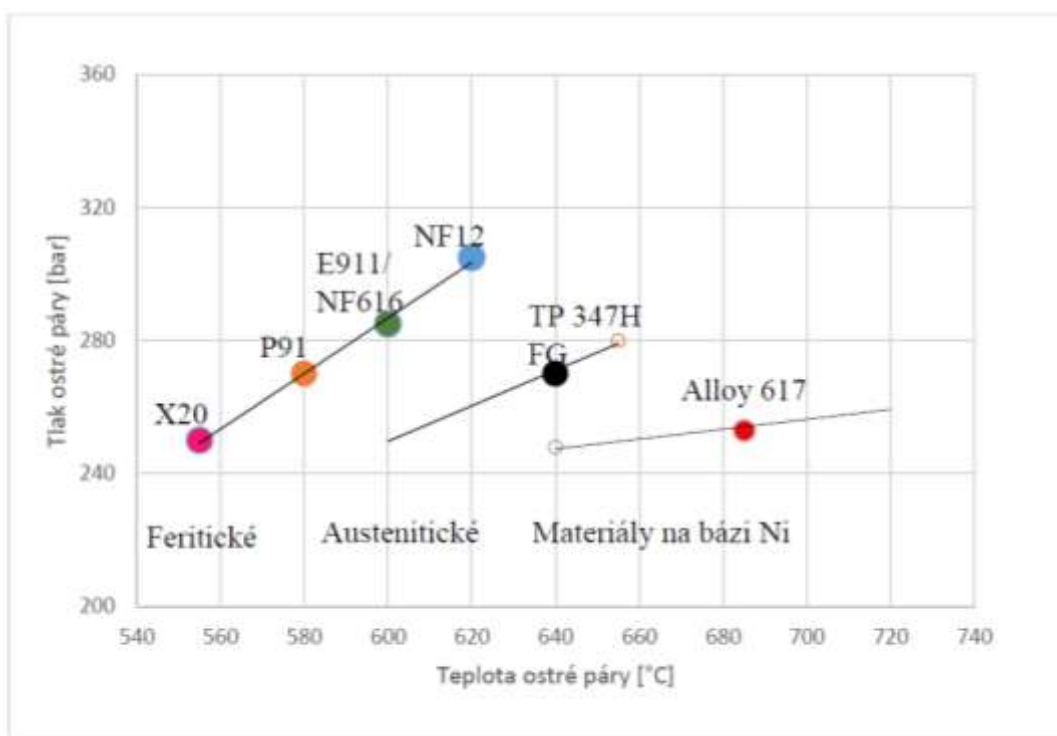
Jako žárovevné jsou označeny takové materiály, které se používají dlouhodobě za zvýšených teplot, které určuje mezní teplota T_g , ale také za zvýšených pracovních tlaků. Základními požadavky na žárovevné materiály jsou [6]:

- vysoká mez kluzu a pevnost v tahu i při zvýšených teplotách,
- dobrá tažnost a houževnatost,
- vysoká odolnost proti tepelně mechanické únavě
- vysoká žáruvzdornost, odolnost proti vysokoteplotní oxidaci a korozní odolnost v prostředí spalín a vodní páry
- vysoká stabilita struktury a vlastností při vyšších teplotách
- vysoká tepelná vodivost
- dobrá svařitelnost a tvařitelnost
- vysoká životnost

Tyto oceli se v dnešní době nejčastěji používají v energetickém průmyslu jako části kotlů nebo parních turbín v tepelných elektrárnách. Proto se neustále hledají a vyvíjejí nové materiály, které by zvýšily efektivitu energetických celků zvýšením parametru páry, tedy teploty a tlaku, a tím zároveň snížily emisní dopad na životní prostředí snížením spotřeby paliva. V současnosti jsou parametry páry používané v elektrárnách pro teplotu v rozmezí 600–620 °C a tlaku 25–30 MPa. U nových energetických zařízení se předpokládá zvýšení těchto parametrů až na 650–700 °C a nad 35 MPa, tím by mělo dojít ke zvýšení účinnosti těchto zařízení ze současných přibližně 45 % na více než 50 %. Tomuto zvýšení pracovních parametrů pro tepelná zařízení se říká ultra-super kritické parametry páry (USC – ultra super critical). Při tomto zvyšování požadavků se musí nalézt materiály pro výrobu komponent kotlů a turbín (např. membránové stěny, trubky přehříváků, parovody, rotory a lopatky turbín), které by při těchto parametrech vydržely minimálně dvě stě tisíc hodin provozu. Jako jedna z nejvýznamnějších skupin ocelí se ukázaly modifikované žárovevné oceli s obsahem chromu 9 – 12 %. Využíváním těchto nových modifikovaných ocelí (díky vyšší účinnosti zařízení) a dalších technologií pro čištění spalín v tepelných elektrárnách došlo od roku 2000 ke snížení emisí CO_2 o 20 %, do roku 2050 se počítá se snížením emisí až o dalších 50 % [6, 9, 10, 17].

3.1 Modifikované žárovevné 9 – 12 % Cr oceli

Pro první kotle konstruované tak, aby splňovaly podmínky pro použití v prostředí s USC parametry páry, se používaly oceli s austenitickou strukturou např. oceli typu CrNi(Mo), které mohou pracovat při vyšší teplotě než feritické oceli, ale kvůli jejich velké tepelné roztažnosti a nízké tepelné vodivosti nebyly příliš vhodné pro kotle, které pracují s velkými změnami v provozních výkonech (časté změny teploty a tlaku páry, rychlé rozjezdové časy zařízení). Proto byly austenitické oceli nahrazeny právě modifikovanými žárovevnými 9–12 % Cr oceli s feritickou (martenzitickou) strukturou, které mají lepší creepové vlastnosti (mez kluzu a mez pevnosti za zvýšených teplot) a odolnost proti koroznímu prostředí páry. Díky vyšším pevnostním charakteristikám mohou být při výrobě použity materiály o menší tloušťce stěn, tím dojde k celkovému snížení hmotnosti konstrukce a také snížení ekonomických nákladů. Obr. 2 zobrazuje použitelnost některých typů feritických ocelí, austenitických ocelí a niklové slitiny, které se používají pro tepelné komponenty v prostředí vysokoteplotní páry [3, 8, 9].



Obr. 2: Použitelnost některých žárovevných materiálů v závislosti teploty na tlaku páry. [10]

V padesátých letech 20. století byla vyvinuta první ocel tohoto typu pro komponenty tlakových celků tepelných elektráren X20CrMoV12-1, ta vycházela z oceli typu 9Cr1Mo (P9), která byla používána ve třicátých a čtyřicátých letech hlavně v chemických závodech a vysoce korozních prostředích. Na začátku sedmdesátých let navázali na výzkum

modifikovaných ocelí Japonci s ocelí TAF (11Cr1MoV), která měla zvýšený obsah dusíku a bóru, čímž byly zajištěny lepší creepové vlastnosti, ale velmi se zhoršila plasticita (stala se prakticky netvařitelnou) a svařitelnost. Na konci sedmdesátých let navázali na tento výzkum Američané s ocelí P91 (9Cr1MoVNb), která je legovaná vanadem a niobem. Počátkem devadesátých let přišli Japonci s ocelí NF616 (podle ASTM P92) se složením 9Cr1,8W0,5MoVNbB a na přelomu tisíciletí byla vyvinuta evropským programem COST (Co-operation in Science and Technology) ocel E911, která je legovaná 1 % Mo a 1 % W. Podrobnější chemické složení je uvedeno v Tab. 1, dále je uvedena mez pevnosti při tečení R_{mT} [3, 6, 8, 9].

Tab. 1: Chemické složení standartních a modifikovaných 9–12 % Cr ocelí pro aplikace v energetice a jejich mez pevnosti při tečení R_{mT} [6, 8, 11, 18].

Prvek R_{mT}	Chemické složení [hm. %] (S a P max. hodnoty)					
	P9	X20CrMoV12-1	TAF	P91	P92	E911
C	Max 0,12	0,20	0,18	0,1	0,124	0,105
Si	0,2 – 0,65	0,24	0,4	0,38	0,2	0,2
Mn	0,8 – 1,3	0,1	0,8	0,46	0,47	0,35
Cr	8 – 10	11 – 12,5	10,5	8,1	9,07	9,16
Mo	0,9 – 1,2	0,8 -1,2	1,5	0,92	0,46	1,01
W	-	-	-	-	1,78	1
V	0,3	0,27	0,2	0,18	0,19	0,23
Nb	0,3 - 0,35	-	0,15	0,073	0,063	0,068
B	-	-	0,35	-	0,003	-
N	-	0,66	0,01	0,049	0,043	0,072
Ni	Max 0,3	0,3 – 0,8	0,05	0,33	0,06	0,07
Al	-	-	-	0,034	0,002	-
S	0,03	0,035	0,02	0,015	0,01	0,01
P	0,035	0,035	0,25	0,02	0,02	0,02
$R_{mT}/600/10^4$ hod	-	103	216	124	153	135
$R_{mT}/600/10^5$ hod	35	59	150	90	113	98

V současnosti se vývoj feritických modifikovaných žárovevných Cr oceli může rozdělit na dvě skupiny [6]:

- oceli s přibližně 9 % Cr, s vyšším obsahem Mo a V, mikrolegované Nb, B a N, s možností legování 1 – 2 % W, patří sem oceli P91, P92 (NF616), E911
- oceli s obsahem Cr okolo 12 %, s vyšším obsahem Mo a V, mikrolegované Nb, B a N, s možností legování 1 – 2 % W případně Cu, do této skupiny patří oceli NF12, TB12M, HCM12, HR1200

Důvodem pro rozdělení do těchto dvou skupin je nižší odolnost proti oxidaci v páře při 600 °C u 9 % Cr ocelí. Obsah do 12 % Cr zajišťuje jak vyšší odolnost v páře, tak i obecně vyšší korozivzdornost. Vyšší obsahy chromu se u skupiny žárovevných ocelí nepoužívají, protože mohou vést k tvorbě křehkosti při 475 °C, kdy segreguje chrom na hranicích zrn a tvoří se jeho karbidy, což může způsobovat praskání po hranicích zrn, a snižuje to celkovou korozivzdornost [6].

3.2 Modifikovaná žárovevná ocel P92

Ocel P92 (podle ASTM) byla vyvinuta v Japonsku pod názvem NF616 a její konstituce je podobná oceli P91 (X10CrMoVNb9-1), obě tyto oceli patří do skupiny modifikovaných nízkouhlíkových žárovevných martenzitických ocelí s obsahem chromu 9 - 12 %. V porovnání s ocelí P91, dosahuje ocel P92 až o 30 % vyšší creepovou pevnost při 600 °C. Používá se hlavně pro komponenty pecí a turbín v tepelných elektrárnách pro prostředí s ultra-super kritickými (USC) parametry páry [3, 8, 9, 10].

3.3 Chemické složení a vliv legujících prvků

Oproti oceli P91 je hlavní rozdíl v nahrazení částí obsahu molybdenu (zhruba 0,5 %) vyšším množstvím wolframu (~ 2 %) pro vyšší zpevnění tuhého roztoku a lepší creepové pevnosti slitiny. Poměrně vysoký obsah chromu (9 %) a zvýšené množství dalších feritotvorných prvků (W, Mo) výrazně zlepšují žárovevnost a odolnost proti tečení, ale významně zužují oblast stabilního austenitu a zvyšují pravděpodobnost výskytu vysokoteplotního delta feritu. V Tab. 2 je uvedeno tabelované chemické složení oceli P92 a pro srovnání jsou uvedeny další podobné oceli této skupiny [2, 4, 6, 8, 11].

Tab. 2: Chemické složení modifikovaných 9 - 12 Cr ocelí [2, 3, 6, 8, 11].

Chemické složení ocelí [hm. %]			
Prvek	P91 (USA)	P92 (J)	E911 (EU)
C	0,08–0,12	0,07–0,13	0,09–0,13
Si	max. 0,5	max. 0,5	max. 0,5
Mn	0,30–0,60	0,30–0,60	0,25–0,55
Cr	8,00–9,00	8,50–9,50	8,50–9,50
Mo	0,85–1,05	0,30–0,60	0,90–1,10
W	-	1,50–2,00	0,90–1,10
V	0,18–0,25	0,15–0,25	0,18–0,25
Nb	0,06 – 0,10	0,04–0,09	0,06–0,1
B	-	0,001–0,006	max. 0,006
N	0,03–0,07	0,03–0,07	0,06–0,08
Ni	max. 0,40	max. 0,40	0,10–0,40
S	max. 0,015	max. 0,01	max. 0,01
P	max. 0,02	max. 0,02	max. 0,02

3.3.1 Uhlík, dusík, bor

Tyto intersticiální prvky zvyšují úroveň žárovevnosti ocelí. Obsah uhlíku se pohybuje v rozmezí 0,08–0,15 %, s jeho přibývajícím množstvím sice roste žárovevnost, ale zhoršují se technologické vlastnosti (svařitelnost a tvářitelnost). Také snižuje teploty rozpadu austenitu M_s a M_f , což vede k nárůstu množství zbytkového austenitu v martenzitu. Dusík je silně austenitotvorný prvek, proto se jeho obsah v tomto typu ocelí pohybuje v rozmezí 0,04–0,08 %. Podporuje tvorbu nitridu (hlavně s vanadem a niobem) a tím zpevnění, ale při vyšším obsahu dochází k degradaci mechanických vlastností a žárovevnosti zkřehnutím oceli. Bor při maximálním množství 0,006 % zvyšuje mez pevnosti při tečení a odolnost proti zkřehnutí stabilizací karbidu typu $M_{23}C_6$. Také zvyšuje prokalitelnost, ale při vyšších obsazích zhoršuje tvářitelnost a svařitelnost oceli [2, 4, 6, 8, 11].

3.3.2 Chrom

S přibývajícím množstvím chromu se zlepšuje žáruvzdornost, odolnost proti oxidaci za zvýšených teplot a korozivzdornost. Obsah 9 % zajišťuje dostatečnou žárovevnost, ale

oproti typům s 12 % má nižší oxidační odolnost v prostředí páry při teplotě 600–650 °C. Zvyšování jeho množství negativně ovlivňuje stabilitu karbidu typu $M_{23}C_6$ bohatého na chrom [2, 4, 6, 8, 11].

3.3.3 Wolfram a molybden

Oba patří mezi těžkovytavitelné kovy s většími atomárními poloměry než má železo, v důsledku toho dochází ke zpevnění tuhého roztoku. Díky jejich vyšší teplotě tavení u wolframu 3400 °C a u Molybdenu 2662 °C dochází ke zvýšení žárovevnosti, zvýšení stability matrice za vyšších teplot a zvýšení teploty rekrytalizace. Díky jejich obdobnému působení v ocelích se jejich obsah vyjadřuje obvykle pomocí ekvivalentu Mo_{ekv} (1), kterým se vyjadřuje jejich rozdílná molární hmotnost, maximální hodnota by neměla přesahovat 1,2–1,5. Vyšší hodnota zvyšuje množství delta feritu v martenzitu a snižuje houževnatost. Při překročení jejich maximální rozpustnosti a při dlouhodobém působení zvýšené teploty může docházet k precipitaci Lavesových fází bohatých na W a Mo (Fe_2W, Mo) nebo karbidů typu M_6X [2, 4, 6, 8, 11].

$$Mo_{ekv} = \% Mo + 0,5 (\% W) \quad (1)$$

3.3.4 Křemík

Křemík je silně feritotvorný prvek, který je ve feritu velmi dobře rozpustný i za normálních teplot. Do obsahu 0,5 % se používá hlavně jako dezoxidační přísada. V ocelích zvyšuje tvrdost, elektrický odpor, odolnost proti korozi (bodové a štěrbinové), snižuje tvárnost a zpevňuje tuhý roztok tvorbou intermetalických fází. Dále zlepšuje odolnost vůči oxidaci, ale zhoršuje chemickou heterogenitu. V Cr modifikovaných ocelích podporuje tvorbu Lavesových fází a také zvyšuje aktivitu uhlíku, čímž urychluje všechny precipitační reakce a v konečném důsledku tak snižuje žárovevnost oceli [2, 4, 6, 8, 11].

3.3.5 Vanad, niob

Vanad a niob podporují precipitaci ultra jemných částic (karbidy, nitridy), které nejefektivněji v tomto typu oceli zvyšují zpevnění za zvýšených teplot. Množství těchto částic je závislé na obsahu dusíku a uhlíku v oceli, parametrech tepelného zpracování a délky creepové expozice. Obsah vanadu bývá maximálně 0,25 %, větší množství rapidně zhoršuje svařitelnost. Niob se přidává jen v malém množství, v rozmezí 0,03–0,15 %. V oceli tvoří částice typu MX, které mají malou rozpustnost při vysokých teplotách. Tyto částice omezují růst austenitického zrna při dlouhodobých výdržích na vysokých teplotách během tepelného

zpracování i creepové expozice. Při překročení hranice rozpustnosti, snižuje pevnost při tečení [2, 4, 6, 8, 11].

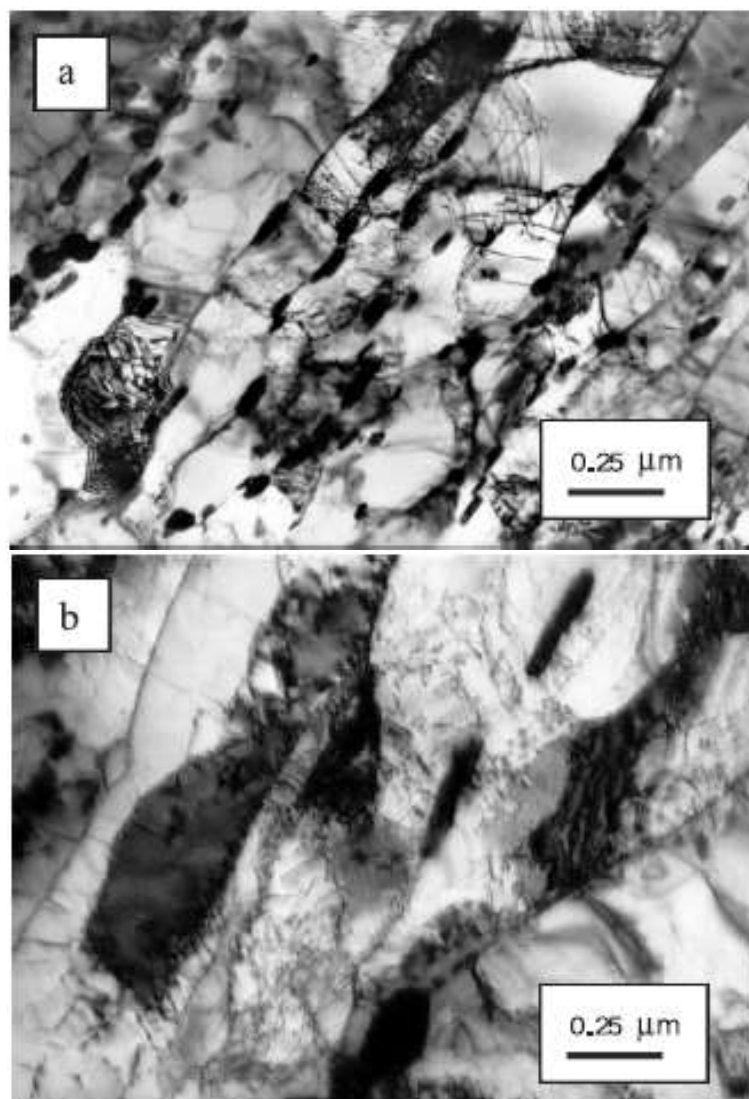
3.3.6 Mangan, nikl

Patří mezi austenitotvorné prvky a v těchto typech je lze použít pro kompenzaci účinku feritotvorných prvků. Nikl zvyšuje tažnost na úkor creepové pevnosti a snižuje žárovevnost. Mangan je dobré dezoxidační činidlo. Zároveň snižuje transformační teploty a zvyšuje chemickou heterogenitu oceli. Pro převahu degradujících účinků je snaha množství manganu a niklu minimalizovat [2, 4, 6, 8, 11].

3.4 Tepelné zpracování a mikrostruktura

Hlavní faktory ovlivňující mikrostrukturu oceli jsou chemické složení a parametry tepelného zpracování. Obvykle se u modifikovaných žárovevných ocelí s obsahem chromu okolo 9 % provádí ohřev do oblasti austenitizace, která se volí podle chemického složení v rozmezí teplot 900 – 1200 °C, následuje výdrž na dané teplotě pro rozpuštění většiny precipitátů bez nárůstu velikosti austenitického zrna a zároveň se tak zamezí tvorbě delta feritu. Poté následuje vysokoteplotní popouštění na teplotě 650 – 800 °C. Vyšší obsah chromu a dalších feritotvorných prvků posunuje křivky rozpadu austenitu v ARA diagramech k delším časům, to umožňuje úplnou prokalitelnost i tlustostěnných materiálů, které je možné ochlazovat i na vzduchu. Výsledkem tepelného zpracování u tohoto typu ocelí je homogenní martenzitická struktura. Martenzit je tvořen látkami α -feritu s cementitu Fe_3C a karbidy (největší zastoupení má karbid typu M_{23}C_6). Látky martenzitu jsou uspořádány do protáhlých bloků, které vznikají uvnitř původních austenitických zrn a mohou být odděleny malým množstvím zbytkového austenitu γ_{ZB} [2, 6, 8, 11, 13].

Jak je patrné z Obr. 3 zvyšování austenitizační teploty u modifikovaných ocelí způsobuje zvětšování původních austenitických zrn a tím i velikost látek martenzitu [2, 4, 6, 8, 11].



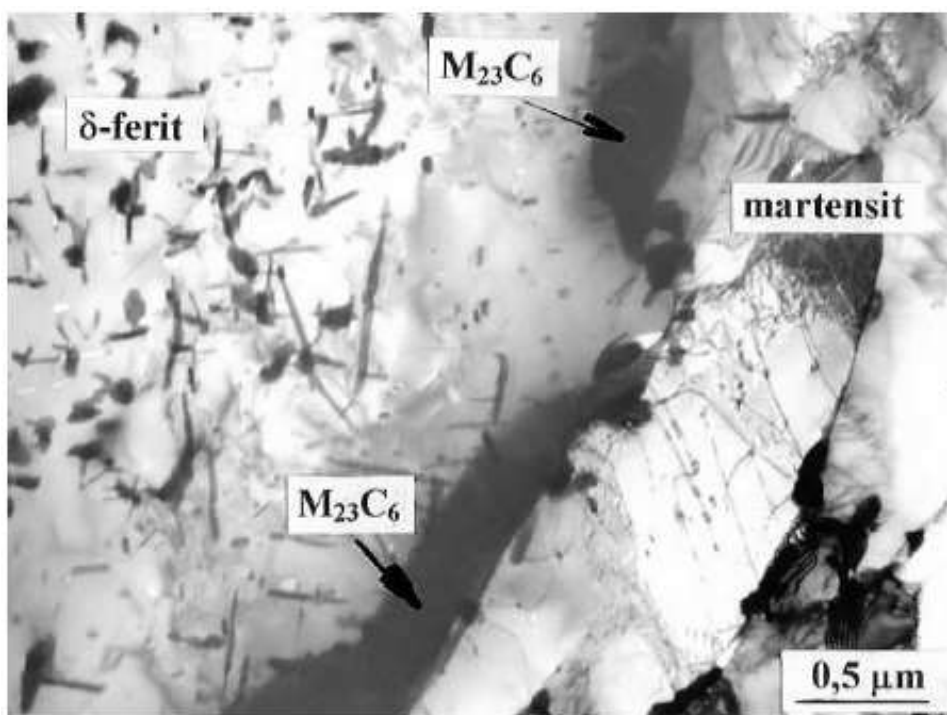
Obr. 3: Na snímcích získaných pomocí TEM je mikrostruktura oceli P92 po austenitizaci a vysokoteplotním popouštění - a) 970°C/2h + 775°C/2h, b) 1145°C/2h + 775°C/2h [8].

Během popouštění martenzitu nebo dlouhodobé creepové expozice dochází k vylučování nových fází, které významně ovlivňují strukturu a mechanické vlastnosti ocelí. Mezi nejdůležitější patří karbidické částice (hlavně typu $M_{23}C_6$), částice minoritní fáze bohaté na dusík typu MX, M_2X (kde X označuje dusík nebo uhlík a M převážně Cr, V a Nb), Lavesovy fáze a Z-fáze [2, 4, 6, 8, 11].

3.4.1 Delta ferit

Při nerovnováze feritotvorných a austenitotvorných prvků se může při výdrži na austenitizační teplotě ve struktuře objevit delta ferit, jehož přítomnost v tomto typu ocelí je nežádoucí. Jelikož se tvoří nad teplotou austenitické přeměny, neprobíhá u něj fázová přeměna austenit – martenzit. Navíc dochází tvorbou delta feritu k zhoršování homogenity

chemického složení matrice a mechanických vlastností kvůli obohacování feritotvornými prvky (Cr, Mo, W, V) z jeho okolí. Jak lze vidět na Obr. 4 uvnitř oblasti delta feritu se kromě karbidických částic, nachází větší množství částic MX než v okolní martenzitické matrici a na rozhraní delta feritu/martenzitu se zpravidla nachází hrubé karbidické částice typu $M_{23}C_6$. Jelikož jsou tyto vyprecipitované částice nositeli zpevnění a zvyšují odolnost proti creepu, dochází díky jejich menšímu množství obsaženému v martenzitické struktuře k zhoršení pevnostních a křehkolomových charakteristik oceli [2, 4, 6].



Obr. 4: Rozhraní delta feritu s větším množstvím vyprecipitovaných částic a martenzitu oddělené hrubými karbidy $M_{23}C_6$ [4].

3.4.2 Karbidy $M_{23}C_6$

Mezi nejdůležitější precipitáty v modifikovaných 9 – 12 % Cr ocelích patří karbidy typu $M_{23}C_6$. Tyto karbidické fáze jsou bohaté na chrom, železo, molybden a wolfram, mohou také obsahovat malá množství vanadu, niobu a bóru. Částice karbidu $M_{23}C_6$ nukleují hlavně na hranicích původních austenitických zrn a podél hranic martenzitických látek, a to během popouštění nebo při dlouhodobé výdrži na vysokých teplotách. Během procesu zotavení a rekrytalizace také zamezuje růstu feritických zrn. Na počátku se vylučují v disperzní formě (mnoho velmi malých částic) na hranicích zrn a sub zrn, tím se zamezuje pokluzům po hranicích zrn, což dodává oceli velkou pevnost při tečení. S rostoucí dobou vystavení zvýšené

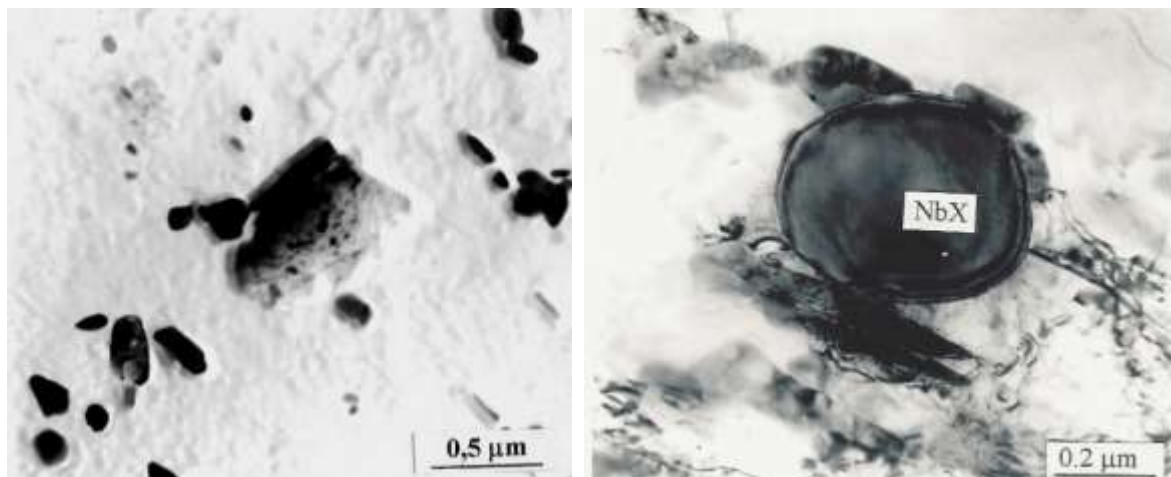
teplotě při creepu, mění karbidy $M_{23}C_6$ své chemické složení a dochází ke změně morfologie, což se projevuje zhrubnutím částic a snížením jejich počtu (prerostnutí) v matrici. Rychlost růstu karbidů závisí na chemickém složení, zejména pak na obsahu chromu v oceli. Pokud oceli obsahují bor je značné množství z jeho celkového obsahu (50–100 %) rozpuštěno právě v karbidech $M_{23}C_6$. Bór zrychluje nukleaci karbidické fáze $M_{23}C_6$ a tím umožňuje jemnější precipitaci částic v matrici. Díky poměrně nízké tepelné stabilitě karbidů $M_{23}C_6$ jsou provozní teploty pro použití ocelí o 100–200 °C nižší než je teplota popouštění [2, 4, 6, 20].

3.4.3 Částice fáze typu M_2X a MX

Během popouštění martenzitu precipitují ve struktuře částice minoritních fází M_2X a MX , které jsou bohaté na dusík (nitridy, případně karbonitridy $X = C, N$). Jejich typ je závislý na chemickém složení oceli a parametrech popouštění. Částice fáze M_2X obsahují hlavně chrom, 10–20 % vanadu, případně obsahují malé množství železa, molybdenu a wolframu. Tyto částice precipitují hlavně uvnitř martenzitických látek především ve tvaru jehlic (při nižších teplotách okolo 450–500 °C mohou mít globulitický tvar). Fáze M_2X jsou stabilní při nižších teplotách (do 550 °C), vyskytují se ve struktuře sporadicky a často jsou jen jako přechodné fáze. Při působení vyšších teplot se snižuje jejich stabilita a může dojít k jejich nahrazení termodynamicky stabilnějšími fázemi, například MX . Tyto částice jsou především nitridy vanadu a niobu, a vytvářejí se hlavně na dislokacích uvnitř látek nebo subzrn ve formě destiček a jehlic. Při jejich vytvoření uvnitř zrn zakotvují dislokace a tím omezují jejich pohyb, následkem toho se brzdí procesy zotavení a dochází ke zvýšení pevnosti během dlouhodobé expozice při tečení. Stabilita částic NbX je velmi vysoká, během austenitizace část vyprecipitovaných částic zůstává nerozpuštěná a omezuje růst austenitických zrn. Překročením rozpustnosti Nb a V (vysoký počet vytvořených částic) se zvyšuje pravděpodobnost přeměny části částic typu M_2X a MX na termodynamicky stabilnější Z -fázi, která významným způsobem degraduje mikrostrukturu oceli [2, 4, 6, 20].

3.4.4 Z -fáze

V modifikovaných Cr ocelích obsahujících vanad, niob a dusík dochází během dlouhodobé tepelné expozice k rozpouštění jemných částic typu M_2X a MX nebo částí jejich povrchů, a k precipitaci termodynamicky stabilnější nitridické fáze, která je označovaná jako Z -fáze s obecným vzorcem $Cr(V,Nb)N$. Z -fáze precipituje ve formě úzkých podlouhlých destiček (Obr. 5) nebo se často vylučuje na površích primárních MX částic, které postupně rozpouští (Obr. 6). Rychlost nukleace Z -fáze je velmi pomalá, ale poměrně rychle hrubne.



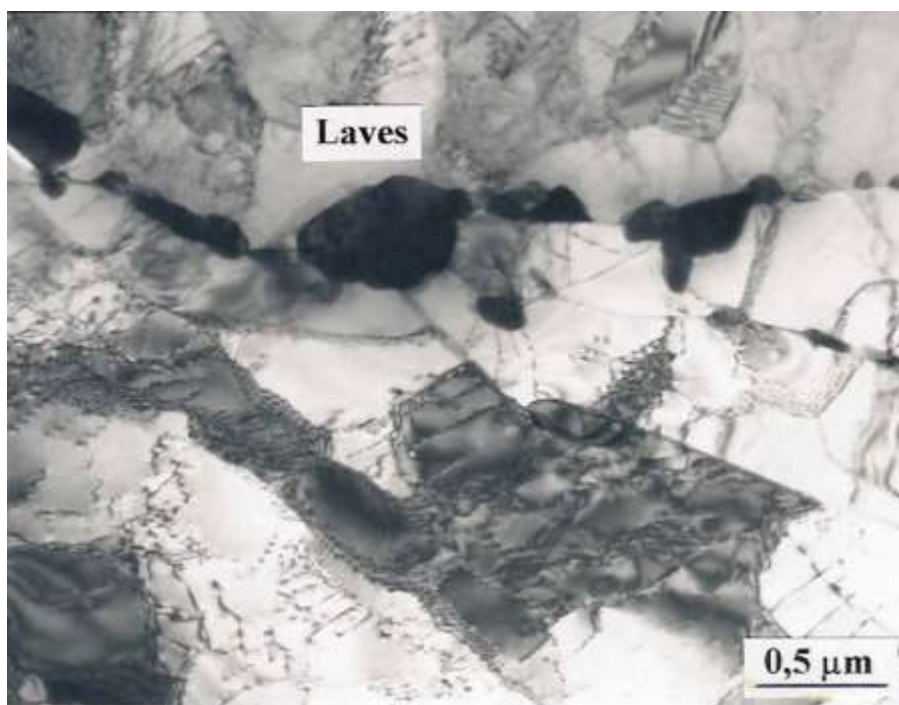
Obr. 5 a 6: Tenké destičky Z-fáze. Precipitace Z-fáze na povrchu primární NbX částice [2].

Z-fáze sama nepřispívá k precipitačnímu zpevnění ocelí, a jelikož vzniká precipitací z rozpouštěných jemných vytvrzujících částic typu M_2X a MX , které zvyšují zpevnění a odolnost proti creepu je považovaná za významný degradační mechanismus mikrostruktury a žárovevnosti [2, 4, 6, 20].

3.4.5 Lavesovy fáze

V žárovevných modifikovaných 9–12 % Cr ocelích s obsahem molybdenu a/nebo wolframu vyšším než 0,6 % se v průběhu tepelného zpracování nebo creepové expozice mohou precipitovat Lavesovy fáze. Převážně se v ocelích vylučují Lavesovy fáze typu Fe_2Mo nebo Fe_2W s hexagonální strukturou, ty se vyznačují strukturní podobností, díky níž lze ve fázi zaměnit wolfram za molybden. Lavesovy fáze často kromě železa, molybdenu a wolframu obsahují ještě chrom a křemík. Zvyšující se množství křemíku v ocelích způsobuje zrychlování tvorby těchto fází a zvyšuje jejich stabilitu [2, 6, 20].

Částice Lavesových fází nukleují převážně na hranicích původních austenitických zrn nebo na jiných minoritních fázích, jako jsou částice $M_{23}C_6$ nebo MX (Obr. 7). Tato přednostní nukleace v blízkost rozhraní $M_{23}C_6$ /matrice souvisí s vyšším obsahem křemíku okolo částic $M_{23}C_6$, protože se v nich křemík nerozpouští a je vytlačován do okolí [2, 6, 20].



Obr. 7: Precipitace Lavesových fází podél hranic zrn na částicích $M_{23}C_6$ [2].

Při překročení rozpustnosti molybdenu a wolframu může během teplotní (creepové) expozice dojít k nukleaci Lavesových fází na jiných precipitátech, což způsobuje snížení vlivu precipitačního zpevnění těchto částic. Zároveň dochází ke snížení zpevnění matrice tuhým roztokem, díky ochuzování matrice o molybden a wolfram, kteří jsou nositeli tohoto zpevnění díky větším atomárním průměrům. V celkovém výsledku snižují Lavesovy fáze pevnost a pevnost při tečení během creepové expozice, a tím degradují odolnost proti creepu [2, 6, 20].

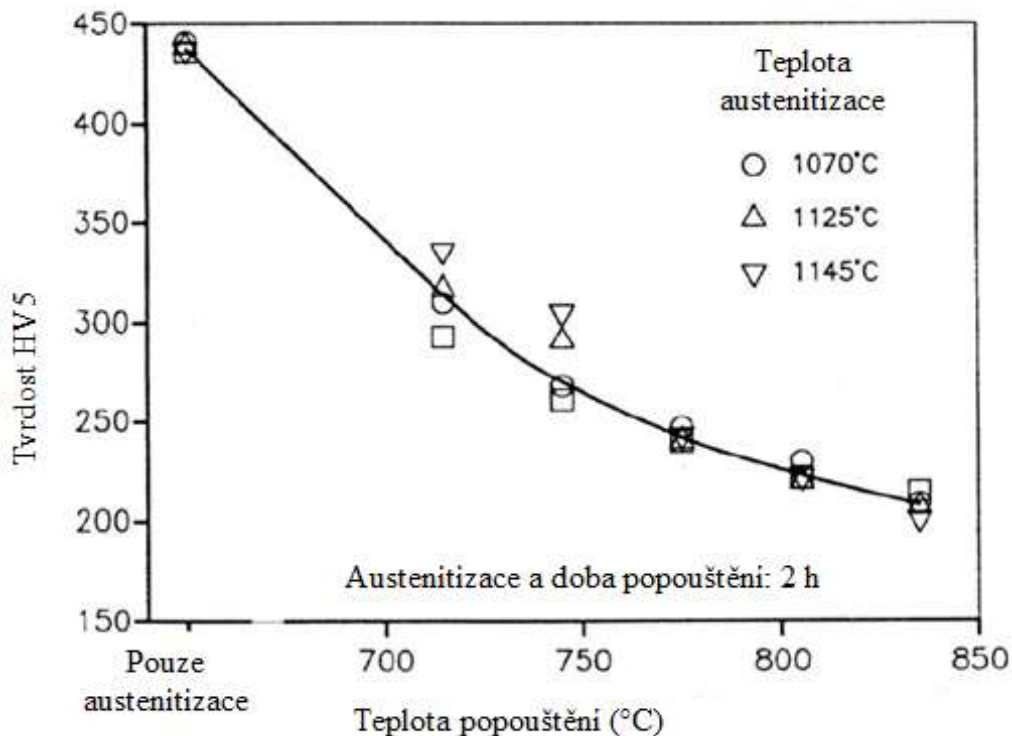
3.5 Mechanické vlastnosti

Tabelované základní mechanické vlastnosti oceli P92 jsou uvedené v Tab. 3, kde jsou porovnané s ocelí P91. Tyto tabelované hodnoty mechanických vlastností se během creepu mění. Při creepové expozici na teplotě 600–650 °C po dobu 10^4 hodin dochází u oceli P92 ke snížení úrovně meze kluzu a meze pevnosti zhruba o 50 MPa, tažnost klesne přibližně o 30 % a u lomové houževnatosti dojde ke snížení o zhruba 50 %. Mez pevnosti při tečení po sto tisících hodinách creepové expozice při 600 °C se pohybuje mezi 105–120 MPa [6, 13].

Tab. 3: Hodnoty mechanických vlastností oceli P92 a dalšího typů modifikovaných 9–12 % Cr ocelí P9 [6, 13].

Mechanické vlastnosti	Jednotky	Typ oceli	
		P92	P91
Mez pevnosti R_m	MPa	620–850	585–770
Mez kluzu $R_{p0,2}$	MPa	min. 440	min. 415
Tažnost A_5	%	min. 20	min. 20
Lomová houževnatost KCV	J.cm ⁻²	min. 40	min. 40
Mez pevnosti při tečení $R_{mT/100000/600}$	MPa	113	98
Tvrdość	HB	max. 250	max. 250

Zvyšováním popouštěcí teploty se snižuje tvrdost martenzitu. Toto snížení pevnosti souvisí se zotavením martenzitu během popouštění a s růstem vyprecipitovaných částic v matici. Na Obr. 8 je závislost dosažené tvrdosti oceli P92 na teplotě popouštění při různých režimech austenitizace [19].



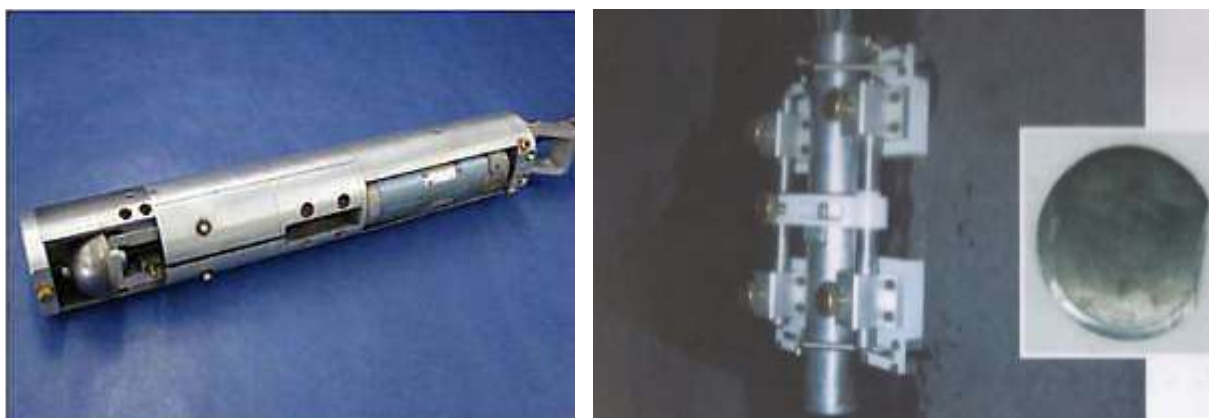
Obr. 8: Závislost tvrdosti oceli P92 na teplotě popouštění [19].

4 HODNOCENÍ MATERIÁLOVÝCH VLASTNOSTÍ POMOCÍ METODY MALÝCH VZORKŮ

Vlastnosti používaného materiálu se mohou lišit od výchozího stavu v důsledku technologických a pracovních operací (tepelné zpracování, svařování, povlakování, stárnutí způsobené tepelným nebo pracovním procesem, plastická deformace a další), které byly na nebo s konstrukcí provedeny. Tradiční získávání vzorků pro zkušební metody jsou založeny na materiálových přídavicích na konstrukci nebo na referenčních vzorcích, které prochází celým technologickým a pracovním cyklem se zařízením. Přitom panuje snaha o zmenšení množství odebraného materiálu hlavně z kritických míst, aby se co nejméně narušila integrita zařízení, nebyly nutné opravy v místě odběru vzorků a tím se nezmenšovala životnost, což si vyžádalo zavedení nových zkušebních metod, při kterých se zkoumá vzorek velmi malých rozměrů. K těmto nově zaváděným zkušebním metodám se řadí také takzvané penetrační testy [4, 12, 14].

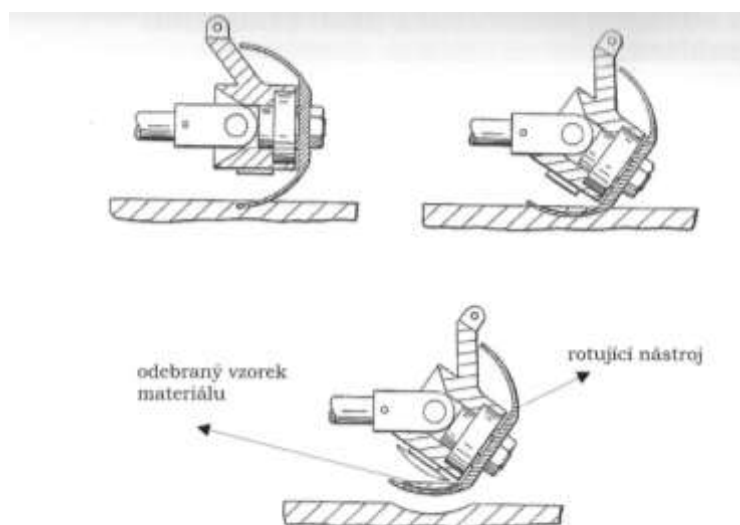
4.1 Odběr vzorku pro penetrační testy

Odběr materiálu pro vzorky na penetrační testy patří mezi semidestruktivní metody hodnocení degradace materiálových vlastností zařízení, které jsou dlouhodobě provozovaná. Pro odběr vzorků se používá metoda elektrojiskrového řezání nebo častěji používaná metoda mechanického odbrušování. Mezi nejpoužívanější zařízení pro mechanické odbrušování patří přístroj SSam⁻² od firmy Rolls-Royce. Tímto zařízením je možno odebírat vzorky jak z vnějších ploch konstrukce (zařízení), tak i vnitřních ploch, například u tlakových lahví, potrubí, pecí a jiných (pokud má vnitřní průměr alespoň 60 mm). Na Obr. 9 je zařízení SSam⁻² a na Obr. 10 je v podstavci pro odebrání vzorku z ploch zařízení s odebraným vzorkem [4, 12, 14].



Obr. 9 a 10: Zařízení pro odběr malých vzorků SSam⁻² společnosti Rolls-Royce [4, 12].

Toto zařízení pracuje na principu odbrušování tenkého kulového vrchlíku o průměru přibližně 25 mm a tloušťce 3–4 mm, rotujícím nástrojem ve tvaru kloboučku o průměru 50 mm a tloušťce 0,7 mm, který má lem kloboučku pokryt drtí nitridu boru. Klobouček je pomocí pákového mechanismu pomalu posunován do materiálu. Odebraný vzorek si přitáhne silný permanentní magnet, aby se zabránilo poškození vzorku. Díky vysoké obvodové rychlosti brusného kloboučku a neustálému chlazení vodou nedochází ani k tepelnému, ani k deformačnímu ovlivnění jak odebraného vzorku, tak ani testovaného zařízení. Schematicky znázorněný princip odběru vzorku pomocí zařízení SSam⁻² je na Obr. 11 [4, 12, 14].



Obr. 11: Schéma principu odběru materiálu mechanickým odbroušením [12].

Z odebraného vzorku materiálu lze připravit 3 až 4 zkušební tělesa ve tvaru disku o průměru 8–10 mm a tloušťce 0,2–0,5 mm pro penetrační testy (Obr. 12) nebo jedno speciální pro stanovení meze únavy v tahu-tlaku [4, 12, 14].



Obr. 12: Odebrané vzorky ze zkušebního materiálu pro penetrační testy [12].

4.2 Metodika zkoušení vlastností materiálů pomocí penetračních testů

V současné době se metodika penetračních testů řídí technickou dohodou (normou) CWA 15627 - Small Punch Test Method for Metallic Materials [14] ustanovenou Evropským výborem pro normalizaci (CEN) v roce 2004. Ta rozděluje testování materiálových charakteristik pomocí malých vzorků do dvou částí podle toho, zda se sleduje časově závislá nebo časově nezávislá odezva materiálu.

- **Část A** „A code of practice for small punch creep testing“ se zabývá popisem postupu pro provádění časově závislých penetračních testů za zvýšených teplot, během kterých dochází ke creepu. V příloze „Relationship to uniaxial creep test properties“ je popsána závislost mezi standardizovanou creepovou zkouškou s jednoosým tahovým namáháním a zatěžující silou u penetračních testů na malých vzorcích za stejný čas do porušení pomocí rovnic od různých autorů.
- **Část B** „A code of practice for small punch creep testing for tensile and fracture behaviour“ se zabývá prováděním časově nezávislých penetračních testů při laboratorních, zvýšených nebo při nízkých teplotách (do mínus 193 °C) a vyjádřením charakteristik získaných ze závislosti síla- posunutí razníku a z porušeného zkušebního vzorku. Příloha „Derivation of tensile and fracture material properties“ popisuje postupy pro získání mechanických a křehkolomových charakteristik (mez kluzu a mez pevnosti, tažnost, FATT, J_{IC} , K_{IC}) z výsledků penetračních testů při dané teplotě [7, 12, 14].

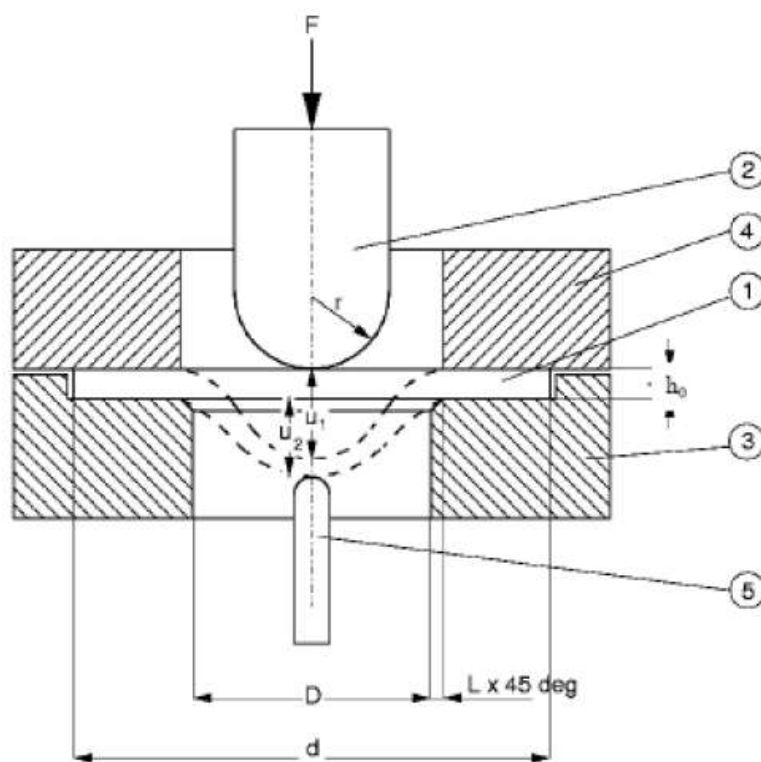
4.3 Princip a typy penetračních testů

Princip provádění všech penetračních testů spočívá v průniku razníku zkušebním tělískem tvaru disku o tloušťce 0,2–0,5 mm až do jeho porušení. V průběhu testu se měří závislost zatížení - posun razníku (u_1) a zatížení - průhyb vzorku (u_2) v ose zatěžování. Schematicky znázorněný princip penetračního testu je na Obr. 13 [4, 7, 12].

Penetrační testy se dělí podle tvaru razníku a způsobu uchycení zkušebního tělíska na:

- **Ohybový penetrační test** (disk bend test), při kterém je razník kuželového tvaru protlačován zkušebním tělískem volně položeném na spodní matrici.
- **Stříhový penetrační test** (shear punch test), kdy se používá ostrohranný razník kruhového průřezu, kterým se tlačí proti tělísku, které je pevně upnuto mezi spodní a horní matrici.

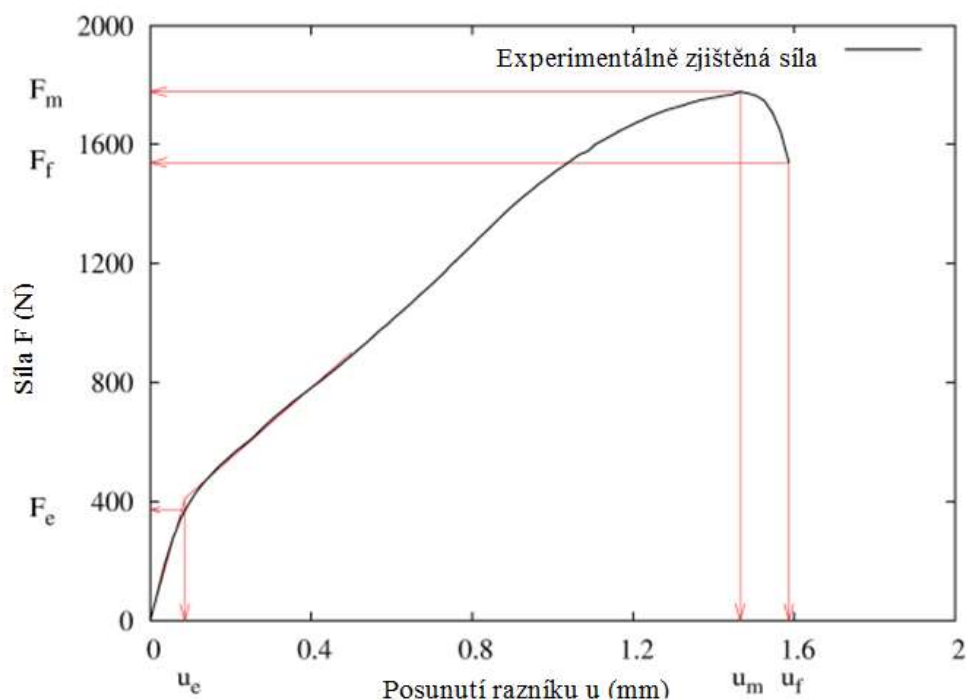
- **Kuličkový penetrační test** (ball punch test), během kterého se protlačuje skrz vzorek razník s polokulovým tvarem pracovní části, nebo kulička (z tvrzené oceli nebo keramiky). Podle způsobu upnutí vzorku se kuličkové testy dělí na „bulge punch“ test při němž je zkušební tělísko sevřeno mezi spodní a horní matrici, nebo na „punch drawing“ test, při kterém je tělísko volně položené na dolní matrici bez přítlaku horní matrice [7, 12].



Obr. 13: Princip penetračního testu. 1 – zkušební tělísko, 2 – razník, 3 – spodní matrice (opěrná), 4 – horní matrice (přítlačná), 5 – snímač posunu [7].

4.4 Stanovení mechanických charakteristik z výsledků penetračních testů

Cílem penetračních testů je vytvoření závislosti síla-posunutí razníku vzorkem (Obr. 14). Z tohoto záznamu lze vyčíst veličiny (F_e , F_m , u_m , u_f , E^{sp}), které jsou závislé na poloměru razníku r , průměru dolní opěrné matrice D a počáteční tloušťce vzorku h_0 , a pomocí níž lze stanovit některé křehkolomové a pevnostní materiálové charakteristiky [12, 14].



Obr. 14: Příklad výstupového záznamu z penetračního testu [14].

4.4.1 Stanovení meze kluzu a meze pevnosti

Pro stanovení meze kluzu a meze pevnosti ze závislosti síla - posunutí razníku se používají dva rozdílné přístupy:

- Pro stanovení pomocí empiricky získaných korelací mezi výsledky standardizovaných tahových zkoušek a penetračními testy lze použít následující vztahy:

$$R_e(R_{p0,2}) = 360 * \frac{F_e}{h_0^2} \quad [\text{MPa, kN, mm}] \quad (2)$$

$$R_m = 130 * \frac{F_m}{h_0^2} - 320 \quad [\text{MPa, kN, mm}] \quad (3)$$

- Stanovení pomocí metody konečných prvků a neuronových sítí za použití matematického modelování z výsledků penetračních testů. Na základě zjištěných veličin ze závislosti síla - posunutí razníku z penetračního testu a vypočtených výstupních vzorců neuronové sítě pomocí metody konečných prvků se vygeneruje neuronová síť inverzní funkce díky, které lze stanovit materiálové charakteristiky [12, 14].

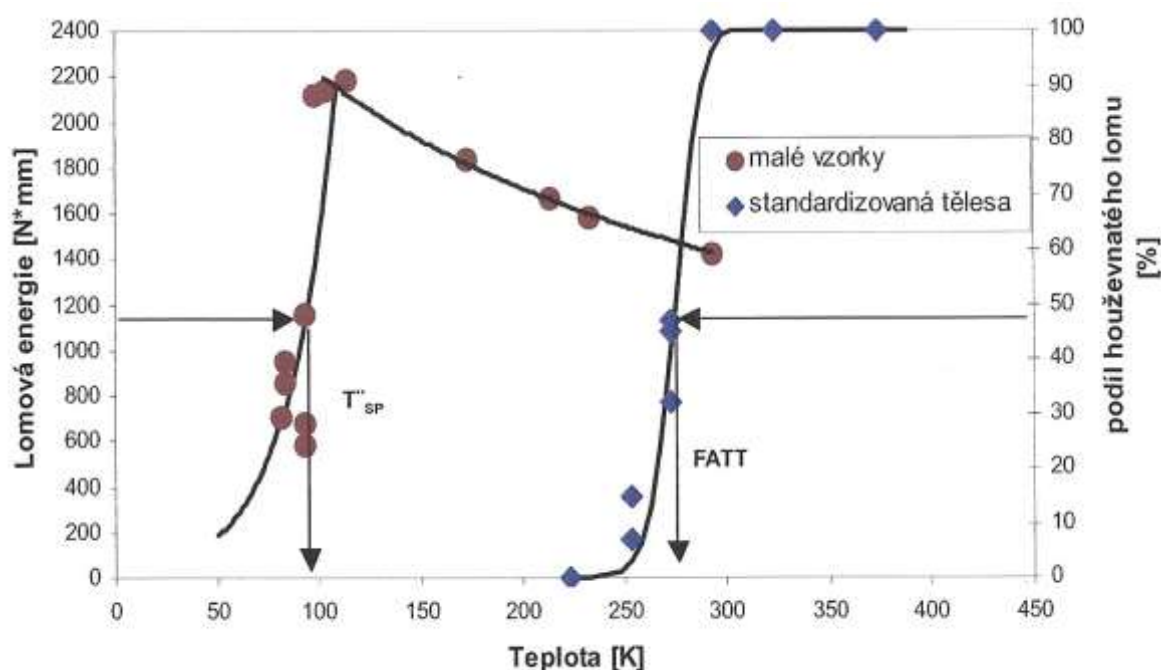
4.4.2 Stanovení tranzitního chování

Z výsledků Charpyho zkoušek rázem v ohybu na vzorcích s V vrubem a z výsledků penetračních testů v rozmezí teplot od mínus 196 do plus 60 °C při zkoušení materiálů (Obr.

15), u kterých lze pozorovat tranzitní chování, byl prokázán na základě pozorování podílu houževnatého lomu a lomové energie existence vztahu (4) mezi tranzitní teplotou T_{SP} (small punch DBTT) zjištěnou pomocí výsledků penetračních testů a FATT stanovenou na základě rázových zkoušek [12, 14].

$$FATT = a * T_{SP} \quad (4)$$

kde a je koeficient a jeho hodnota se pohybuje v rozmezí 0,35–0,44.



Obr. 15: Porovnání teplotní závislosti lomové energie při „Bulge“ testu a teplotní závislosti podílu houževnatého lomu [12].

4.4.3 Odhad lomové houževnatosti

Lomovou houževnatost z výsledků penetračních testů můžeme odhadnout pomocí následujících postupů:

Stanovení K_{IC} dvoustupňovou metodou

V tomto případě je odhad lomové houževnatosti stanoven na základě empirické závislosti mezi tranzitní teplotou T_{SP} zjištěnou z výsledků penetračních testů a FATT stanovenou z výsledků zkoušky rázu v ohybu v rozmezí teplot od mínus 185 do plus 20 °C a znalosti empirických závislostí mezi FATT a K_{IC} .

Přímým odhadem z výsledků penetračních testů

V případě, že je lomové chování materiálu popsáno parametry elasto-plastické lomové mechaniky, lze použít vztah (5) pro korelaci J_{IC} lomovou deformací ε_f .

$$J_{IC} = K * \varepsilon_f - J_0 \quad (5)$$

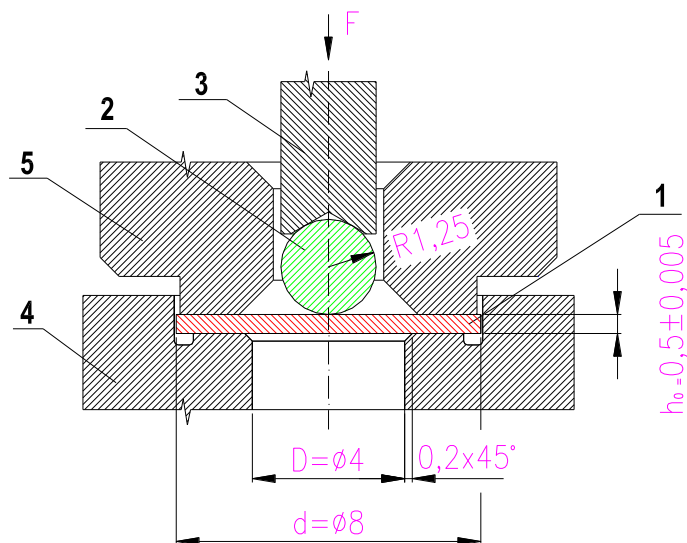
$$\varepsilon_f = \ln \frac{h_0}{h_f} \quad (6)$$

kde K a J_0 jsou konstanty [12, 14].

Při praktické realizaci stanovení J_{IC} pomocí tohoto odhadu se tak u porušeného zkušební tělesa změří minimální tloušťka v místě lomu, z ní se vypočítá pomocí vztahu (6) hodnota lomové deformace a z té pak samotná velikost J_{IC} .

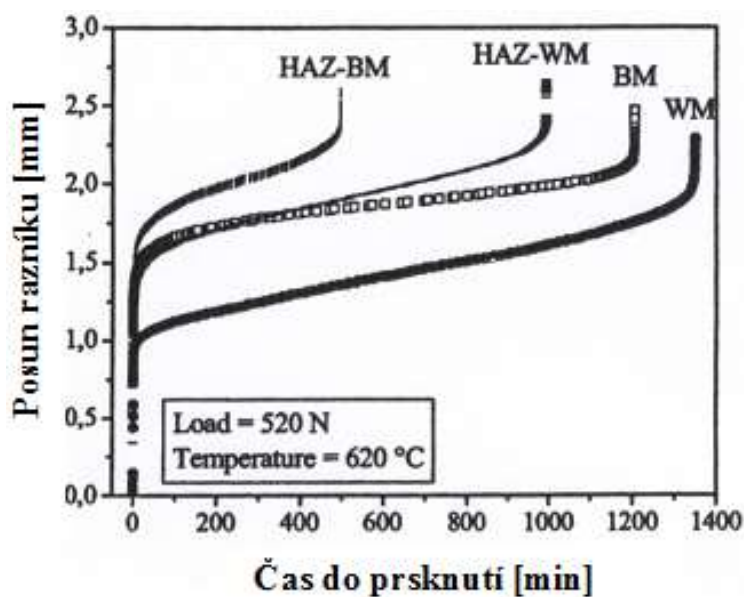
4.5 Creepová zkouška malých vzorků (Small Punch Creep Test - SPCT)

Metoda SPCT vychází z kuličkového penetračního testu. Při této metodě je vzorek umístěn mezi horní (přítlačnou) a spodní (opěrnou) matici a vložen do zkušební patrony. Na Obr. 16 je zobrazena tato sestava s keramickou kuličkou, která se často používá namísto kovového razníku, protože umožňuje aplikovat i velmi vysoká zatížení při vysokých teplotách. Zkušební patrona se umístí do laboratorní pícky, ve které lze vytvořit ochranou atmosféru proti vysokoteplotní oxidaci pomocí inertních plynů (např. argon). Působící zatížení je přenášeno rámem stroje, který tlačí na razník a kuličku proti zkušebnímu vzorku. V průběhu creepového penetračního testu se snímá závislost průhyb vzorku-čas a doba do jeho porušení při konstantním zatížení [12, 14].



Obr. 16: Sestava SPCT zkoušky. 1 – zkušební tělísko, 2 – keramická kulička 3 – razník, 4 – spodní matrice, 5 – horní matrice [21].

Přestože na rozdíl od creepové zkoušky jednoosým tahem dochází u zkoušky SPCT ke komplexní interakci mezi materiálem a razníkem (kuličkou), lze na grafickém záznamu deformace v čase nalézt taky tři typická stadia creepové křivky, tedy primární, sekundární i terciární stádium creepu (obr. 17). Avšak nalézt přímý vztah mezi průběhem deformace u obou typů zkoušek není jednoduché, jelikož u SPCT zkoušek je přítomna kromě creepové také značná elastická i plastická deformace [12, 14].



Obr. 17: SPCT křivky základního materiálu (BM), svarového kovu (WM) a tepelně ovlivněné oblasti (HAZ) oceli P91 [22].

V celém průběhu zkoušky SPCT lze rovněž pozorovat interakce mezi mnoha nelineárními procesy [23]:

- **Kontakt:** kontaktní plocha mezi vzorkem a razníkem se s postupem času zvětšuje, přičemž v tom může hrát důležitou roli i tření.
- **Nelineární chování materiálu:** obecně nastává při zkoušení elastoplastického stavu a creepová deformace je nelineárně závislá na napětí.
- **Velká tvarová změna:** vzorek, který měl na začátku tvar ploché desky, je nakonec přibližně kuželovitý s částečně sférickým zakončením.
- **Velké deformace:** u většiny materiálů dojde při SPCT zkoušce k lomu při deformaci, která by v případě jednoosých testů přesáhla ~25 %. Často se také pozoruje lokální zaškrcení na okraji oblasti, která je v kontaktu s razníkem a v těchto místech je deformace značně vyšší než činí její průměrná hodnota. [23]

Všechny tyto výše popsané skutečnosti tak u SPCT zkoušek značně komplikují stanovení ekvivalentního jednoosého napětí.

4.5.1 Stanovení creepových charakteristik z výsledků SPCT zkoušek

Definice vztahu mezi zatížením u SPCT zkoušek a napětím u konvenčních creepových zkoušek je základním předpokladem pro široké uplatnění SPCT zkoušek pro hodnocení creepových vlastností ocelí. Při jeho odvození se vychází z jednoduchého předpokladu, že určité zatížení odpovídá danému napětí tehdy, když k lomu zkušební tyče dojde v obou případech ve stejném čase. Tento jednoduchý princip ovšem ztěžuje skutečnost, že u SPCT zkoušek není napětí během zkoušení konstantní. Na počátku je deformace velice malá a zatížení se realizuje přes smyková napětí vyvolaná ohybovým momentem. V dalším stádiu tečení pak deformace narůstá a rozhodujícím faktorem se stává membránové napětí, které se ovšem mění v závislosti na průhybu vzorku a změně tloušťky jeho stěny [14].

V CEN CWA 15627 [14] je uvedeno několik vztahů, které řeší výše uvedenou otázku a které byly všechny odvozeny od rovnováhy mezi zatížením a membránovým napětím bez uvážení ohybového napětí. Jelikož je při SPCT zkoušce průhyb při lomu obvykle 3–4 násobkem tloušťky vzorku, je při tak velké deformaci zanedbání ohybového namáhání akceptovatelné. Tyto rovnice byly odvozeny na základě původní Chakrabartyho rovnice pro membránové napětí, která je odvozena z teorie pružnosti [24]:

$$\frac{F}{\sigma} = 2\pi * h * r * \sin^2 \theta_0 \quad (7)$$

kde F je zatížení [N], σ představuje napětí [MPa], h reprezentuje tloušťku zkušebního tělesa v místě kontaktu s razníkem [mm], r je poloměr razníku [mm] a θ_0 je kontaktní úhel mezi razníkem a vzorkem.

Obecný vzorec pro stanovení zkušebního zatížení pro SPCT zkoušky pak může být vyjádřen ve tvaru [14]:

$$\frac{F}{\sigma} = 3,33 * k_{sp} * R^{-0,2} * r^{1,2} * h_0 \quad (8)$$

kde R je poloměr otvoru ve spodním dílu upevňovací matice a k_{sp} představuje korelační faktor, který vyjadřuje vliv rozdílné creepové tažnosti jednotlivých materiálů nebo i téhož materiálu při různých teplotách a napětích [14].

Při praktickém provádění SPCT zkoušek bylo zjištěno, že u velké skupiny materiálů včetně feritických nízkolegovaných i chromových modifikovaných ocelí platí zjednodušený vztah:

$$\frac{F}{\sigma} = \text{const} * h_0^2 \quad (9)$$

5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

V experimentální části jsou pomocí creepových testů na malých vzorcích (SPCT) určeny creepové charakteristiky žárovevné modifikované 9–12 % Cr oceli P92. Dále jsou tyto výsledky porovnány s výsledky klasických creepových zkoušek prováděných za jednoosého tahu a nakonec je provedena vzájemná korelace výsledků obou metod.

5.1 Chemické složení a mechanické charakteristiky materiálu

Jako experimentální materiál byl použit výkovek ve tvaru půlkruhu (Obr. 18) o průměru 520 mm z oceli X10CrWMoVNb 9-2 (P92) z produkce firmy ŽDAS, a. s.



Obr. 18: Dodaný segment výkovku z oceli P 92

Výkovek byl dodán ve stavu po tepelném zpracování na jakost provedeném u výrobce (1030 °C/13 hodin/olej + 770 °C/18 hodin/vzduch). Společně s experimentálním materiálem byl dodán od výrobce záznam ze spektrální analýzy pro kontrolu chemického složení a inspekční certifikát podle EN10204 3.1 deklarující mechanické charakteristiky materiálu. Zjištěné chemické složení (Tab. 4) a mechanické charakteristiky (Tab. 5) oceli P92 jsou v tabulkách porovnané se standardem ČSN EN 10 222-2 [25], který platí pro ocelové výkovky z materiálů pro vysoké teploty a tlaky.

Tab. 4: Chemické složení experimentálního materiálu a standardizované hodnoty pro ocel P92 [hm. %].

Prvek	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr
Dodaný materiál	0,109	0,44	0,30	0,016	0,0026	0,288	8,860
EN 10 222-2	0,07 0,13	0,30 0,60	max. 0,5	max. 0,02	max. 0,01	max. 0,40	8,50 9,50
Prvek	Mo	V	W	Al	Nb	B	N
Dodaný materiál	0,404	0,191	1,690	0,011	0,049	0,0033	0,0481
EN 10 222-2	0,30 0,60	0,15 0,25	1,50 2,00	-	0,04 0,09	0,001 0,006	0,03 0,07

Tab. 5: Mechanické vlastnosti experimentálního materiálu a standardizované hodnoty pro ocel P92.

Teplota zkoušení	Mechanické vlastnosti	Jednotka	Podélný směr	Příčný směr	EN 10 222-2
+ 20 °C	R _{p0,2}	[MPa]	484	477	min. 440
	R _m	[MPa]	676	667	620 - 850
	A ₅	[%]	23,4	24,4	min. 20
	Z	[%]	61,6	62,8	-
	KV	[J.cm ⁻²]	133	109	min. 40
	HB	[-]	220	220	max. 250
+ 350 °C	R _{p0,2}	[MPa]	418	410	-
	R _m	[MPa]	551	531	-
	A ₅	[%]	21,2	18,8	-
	Z	[%]	67,5	62,8	-

5.2 Creepové testy na malých vzorcích (SPCT)

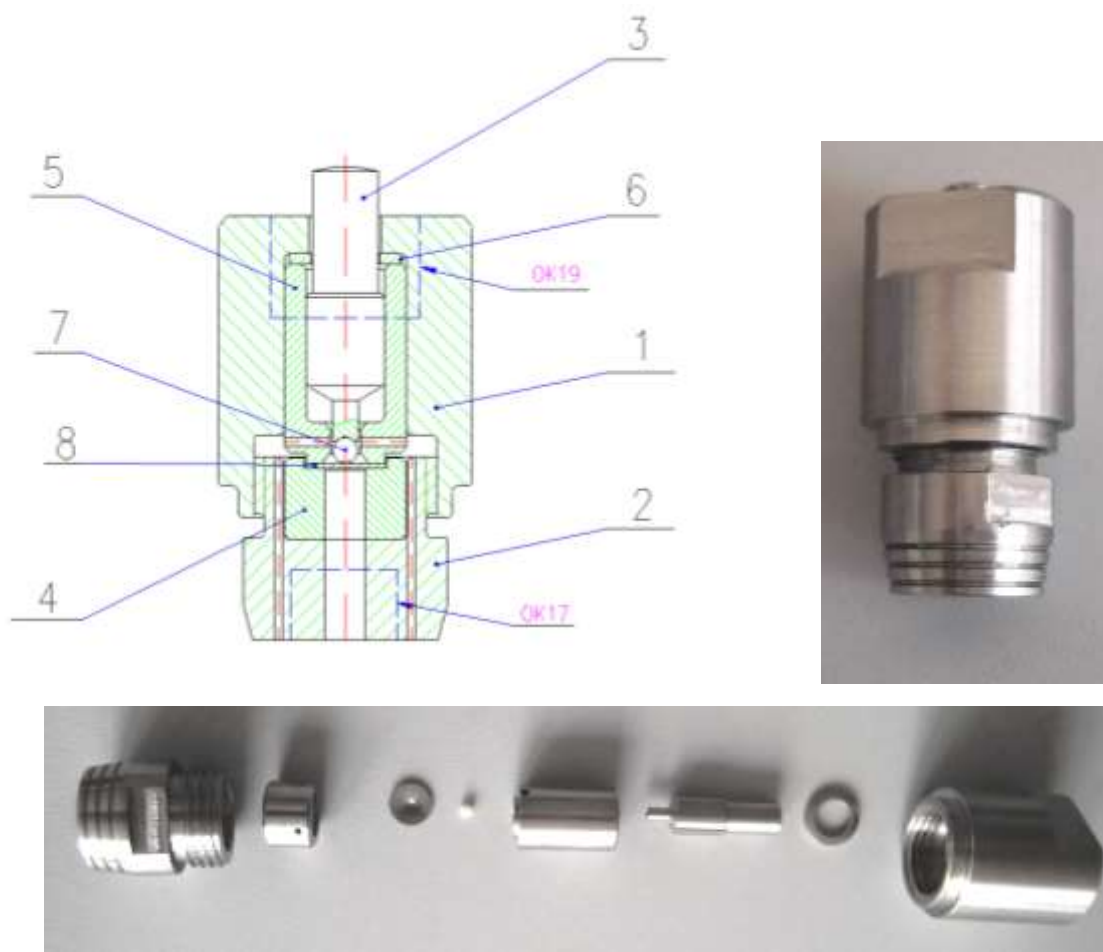
Testování creepových charakteristik žárovevné oceli P92 pomocí metody malých vzorků (SPCT) proběhlo ve firmě Materiálový a Metalurgický Výzkum (MMV) na zkušebním laboratorním zařízení SPUTT 500 (Obr. 19). Creepové zkoušky proběhly při teplotách 650 a 625 °C, pro zkušební zatížení od 500 do 330 N.



Obr. 19: Zkušební zařízení SPUTT 500 pro SPCT.

5.2.1 Příprava zkušebního zařízení pro SPCT a průběh zkoušky

Hlavní součástí creepového stroje pro malé vzorky je zkušební patrona (Obr. 20), do níž je vzorek upevněn a která se vkládá do zatěžovacího mechanismu stroje. Zkušební vzorek o rozměrech $\varnothing 8 \times 0,5$ mm (pozice 8 na schématu na obr. 20) je pevně fixován mezi dvěma přitlačnými maticemi (pozice 4 a 5), které jednak středí jeho polohu, jednak zabraňují pohybu nedeformovaných ploch zkušebního tělíska během zkoušení. Do středového otvoru horní přitlačné matice se vloží indentační kulička o $\varnothing 2,5$ mm (pozice 7) a tlačný trn (razník – pozice 3), který zajišťuje přenos síly ze stroje na kuličku. Složená matrice se zasune do zkušební pouzdra (pozice 1) a zaaretuje se horní maticí (pozice 2). Vůle mezi maticí a pouzdem se vymezí podložkou (pozice 6). Takto složená zkušební patrona se vloží do zkušební vidlice (obr. 21) a ta se nasune na středový opěrný trn v peci, pomocí kterého je zajišťován přenos tahové síly od závaží na zkušební vzorek, a připojí se k zátěži. Píčka se uzavře víkem a zajistí pojistnými šrouby. K vrchní části zkušební vidlice se připojí ramínko horního snímače posuvu a zajistí se pomocí šroubu. Je důležité, aby se v průběhu přípravy věnovala pozornost tomu, zda všechny části do sebe náležitě zapadají a nejsou uvolněné.



Obr. 20 Průřez sestavou zkušební patrony, sestavená patrona a její jednotlivé díly.



Obr. 21 Zkušební vidlice.

Před započítím zkoušky se pomocí řídicího softwaru vytvoří datový soubor příslušné zkoušky, do něhož se vyplní důležité údaje o zkoušce, jako je specifikace zkoušeného materiálu, teplota, velikost zatížení, typ ochranné atmosféry a datum a čas začátku zkoušky. Software rovněž umožňuje přepočít zatížení na požadovaný počet závaží, které se umístí na talíř táhla závaží. Po vyplnění těchto údajů se propláchne píčka argonem, aby se snížil obsah vzduchu a nedocházelo k oxidaci zařízení ani vzorku. Poté se zkouška ohřeje na požadovanou teplotu s hodinovou výdrží na této teplotě pro vyrovnaní a stabilizaci teploty. Pak následuje zatížení zkoušky, při kterém je podle [14] požadována doba nepřesahující 1 sekundu a zároveň absence jakéhokoliv rázu, čehož je dosaženo pomocí šroubového zvedáku.

Zkušební stroj SPUTT 500 je plně automatizovaný a pracuje v prostředí operačního systému Windows 7. Na pracovní obrazovce softwaru se průběžně ukazují důležitá data zkoušky (teplota a deformace vzorku, zatížení, průtok argonu, aj.). Všechna tato data jsou průběžně ukládána do vytvořeného souboru s údaji o zkoušce. Po ukončení zkoušky, zpravidla po protržení zkušebního tělíska, což je na grafu zobrazeno náhlým nárůstem deformace, je tento soubor uzavřen a připraven pro vystavení zkušebního protokolu, jehož součástí jsou také grafické závislosti měřených hodnot, zejména pak časové. Pro další zpracování výsledků mimo software je možný export naměřených dat ve formátech kompatibilních s programem EXCEL. Z těchto údajů se následně dají stanovit i další závislosti a charakteristiky, např. závislost rychlosti deformace na čase nebo na deformaci, případně i provést další analýzy výsledků.

5.2.2 Výsledky SPCT oceli P92

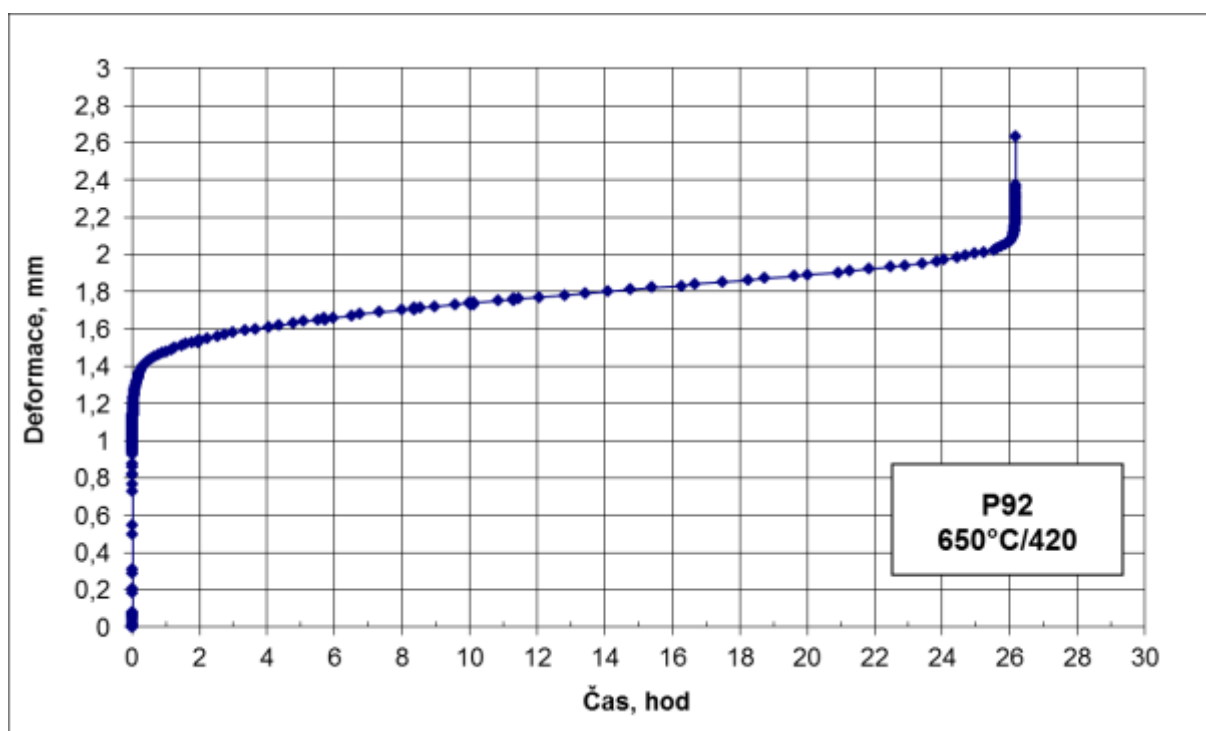
V Tab. 6 jsou uvedeny výsledky creepových testů na malých vzorcích zjištěných pomocí zkušebního zařízení SPUTT 500. Zkoušky při nejvyšších zatíženích (500, 480 a 450 N) při teplotě 650 °C byly vynechány kvůli očekávaným velice krátkým dobám do lomu, a tedy, z pohledu creepu, jen velmi omezeně použitelným výsledkům. Při teplotě 625 °C pak nejsou výsledky zkoušek se zatížením nižším než 420 N dosud k dispozici.

Tab. 6: Výsledky SPCT oceli P92 pro testovací teplotu 650 °C a 625 °C.

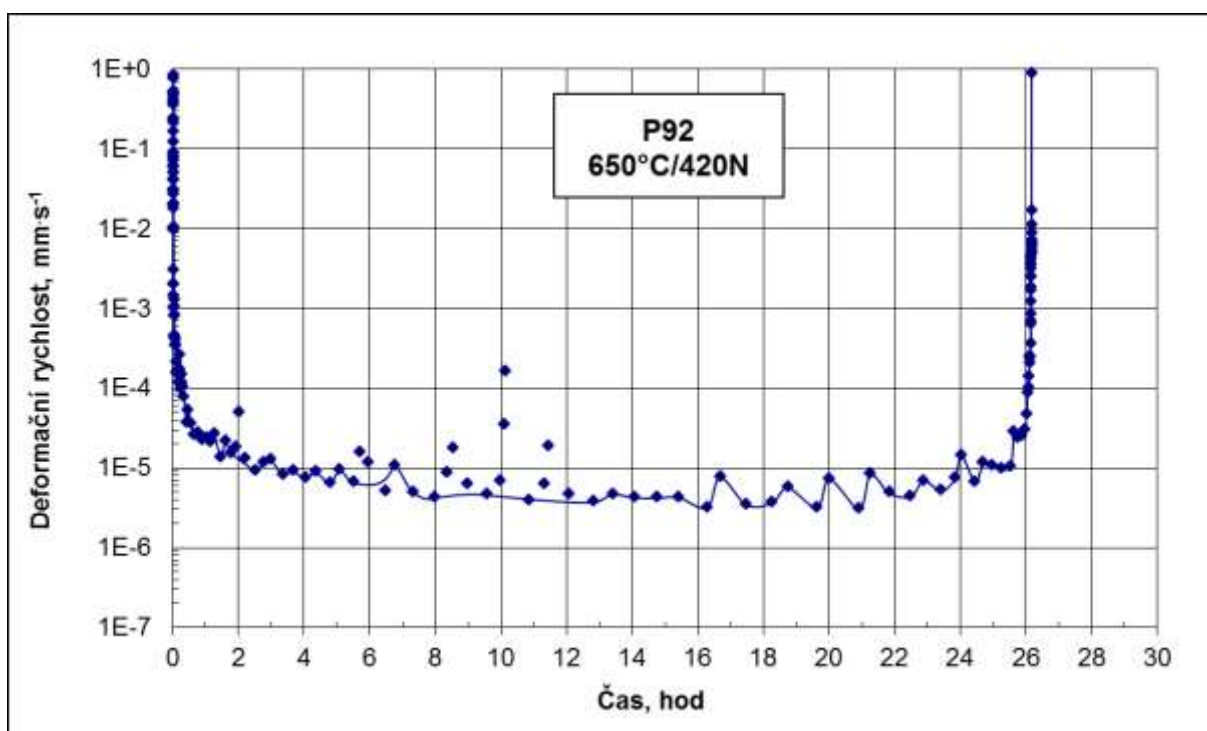
Zkouška	Teplota	Zatížení	Doba do lomu	Deflexe	Rychlost deflexe
	[°C]	[N]	[hod]	[mm]	[mms ⁻¹]
650_420	650	420	26	2,64	4,2E-06
650_390	650	390	42	2,55	2,2E-06
650_360	650	360	101	2,78	1,4E-06
650_330	650	330	240	3,20	4,2E-07
625_500	625	500	48	2.42	2.4E-06
625_480	625	480	99	2.39	9.7E-07
625_450	625	450	184	2.66	5.6E-07
625_420	625	420	336	2.71	2.7E-07

V prostředí Excelu byly ze zkušebního listu generovaného softwarem pro jednotlivé zkoušky vytvořeny grafické závislosti zjištěných dat. Jako příklad jsou uvedeny výstupy pro

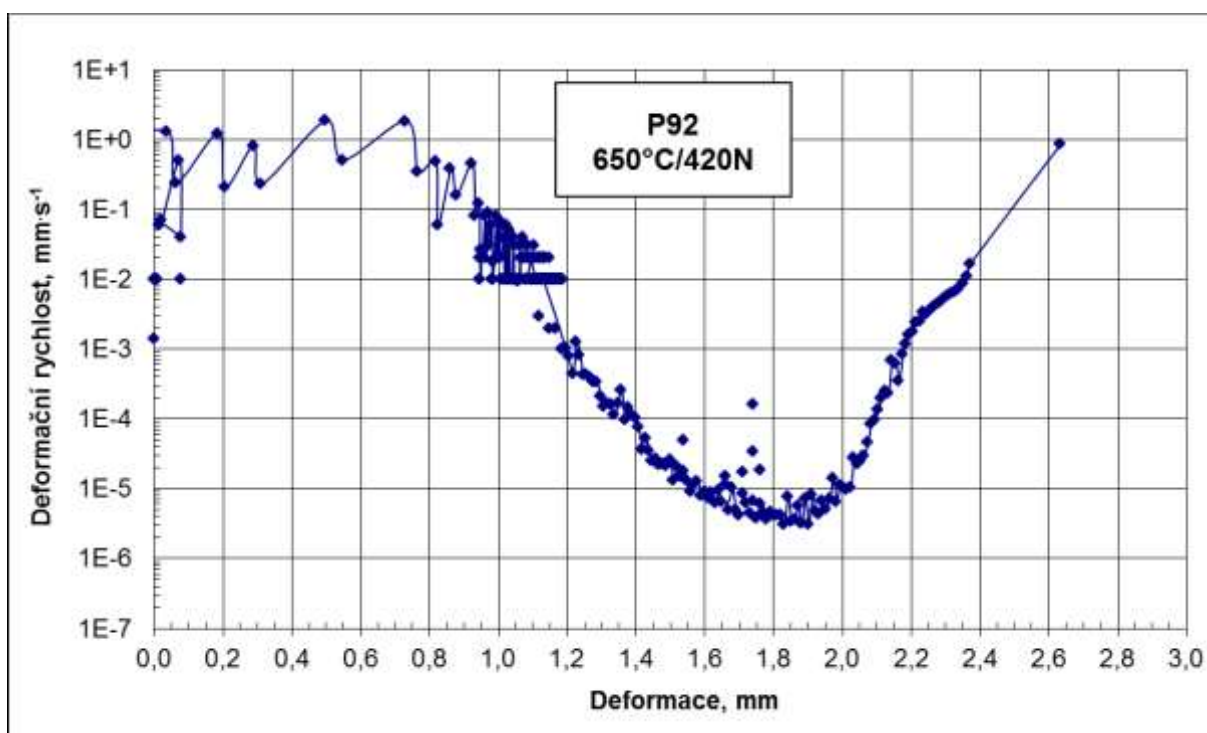
zkoušku 650_420, která byla zkoušena při teplotě 650 °C a zatížení 420 N. Na Obr. 22 je ukázána závislost deformace na čase, tedy vlastní creepová křivka pro danou teplotu a zatížení. Obr. 23 popisuje změnu deformační rychlosti v čase a názorně tak ukazuje prudký pokles rychlosti creepu v primárním stádiu tečení následovaný oblastí sekundárního creepu, v níž je rychlost creepu konstantní a nakonec opětovné zrychlení deformace v oblasti terciárního creepu. Výstup z tohoto grafu je možné použít pro stanovení rychlosti sekundárního creepu a její závislost na parametrech zkoušení, což je další důležitá materiálová charakteristika. Na Obr. 24 je zobrazena změna deformační rychlosti v průběhu deformace.



Obr. 22: Grafická závislost deformace-čas pro zkoušku 650_420 oceli P92.



Obr. 23: Grafická závislost deformační rychlost- čas pro zkoušku 650_420 oceli P92.



Obr. 24: Grafická závislost deformační rychlost-deformace pro zkoušku 650_420 oceli P92.

Stejně jako v případě konvenčních creepových zkoušek, lze i z výsledků zkoušek SPCT vytvořit závislost minimální rychlosti creepu (deflexe) nebo doby do lomu na napětí (zatížení) ve formě různých variant známé Nortonovy rovnice [5]:

$$\dot{\epsilon}_s = A_{CR} * \sigma^{m_{CR}} \quad (10)$$

$$\dot{\delta}_{min} = A_{SP} * F^{m_{SP}} \quad (11)$$

$$t_r = A'_{CR} * \sigma^{n_{CR}} \quad (12)$$

$$t_r = A'_{SP} * F^{n_{SP}} \quad (13)$$

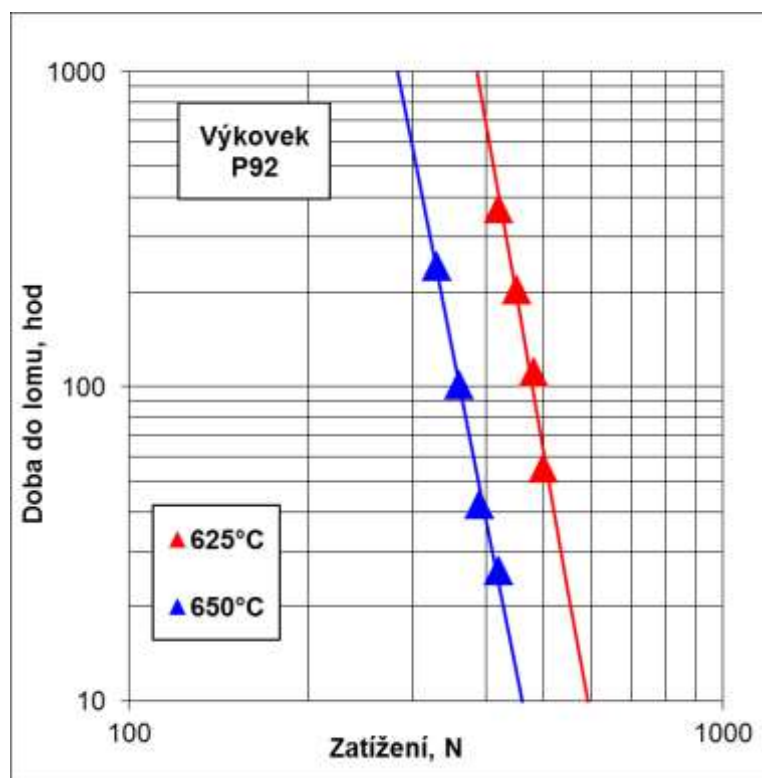
ve kterých představují A_{CR} , A_{SP} , A'_{CR} a A'_{SP} teplotně závislé konstanty, σ je napětí, F zatěžující síla a m_{CR} , n_{CR} , resp. m_{SP} a n_{SP} jsou tzv. Nortonovy napět'ové exponenty.

A stejně jako u konvenčních creepových zkoušek je možné získané výsledky zpracovávat i pomocí parametrických rovnic, které slučují jak vliv teploty, tak doby do lomu. Mezi nejznámější parametrické rovnice patří rovnice Larson-Millerova, uváděná ve tvaru [26]:

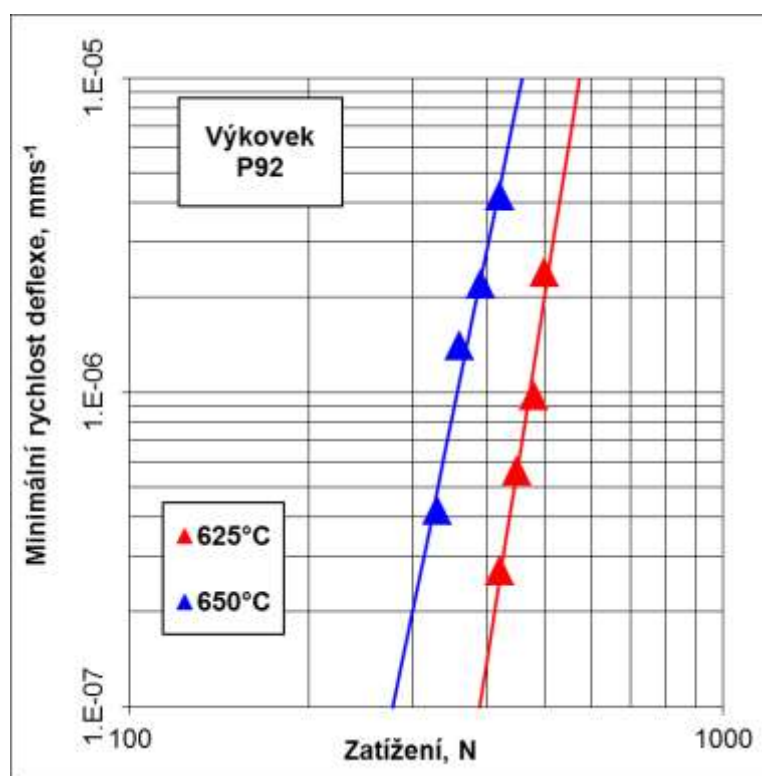
$$P_{L-M} = T * (C + \log t) = A_0 + A_1 \log(\sigma) \quad (14)$$

kde T je absolutní teplota, t doba do lomu, σ je napětí, A_0 , resp. A_1 jsou konstanty a C je Larson-Millerova konstanta, jejíž výši je možné buď pevně stanovit (například $C=20$ se hodně používá u nelegovaných a nízkolegovaných žárupevných ocelí a $C=25$ pak u ocelí martenzitických [3]), nebo se vypočítá pomocí regresní analýzy z vlastního souboru experimentálních dat.

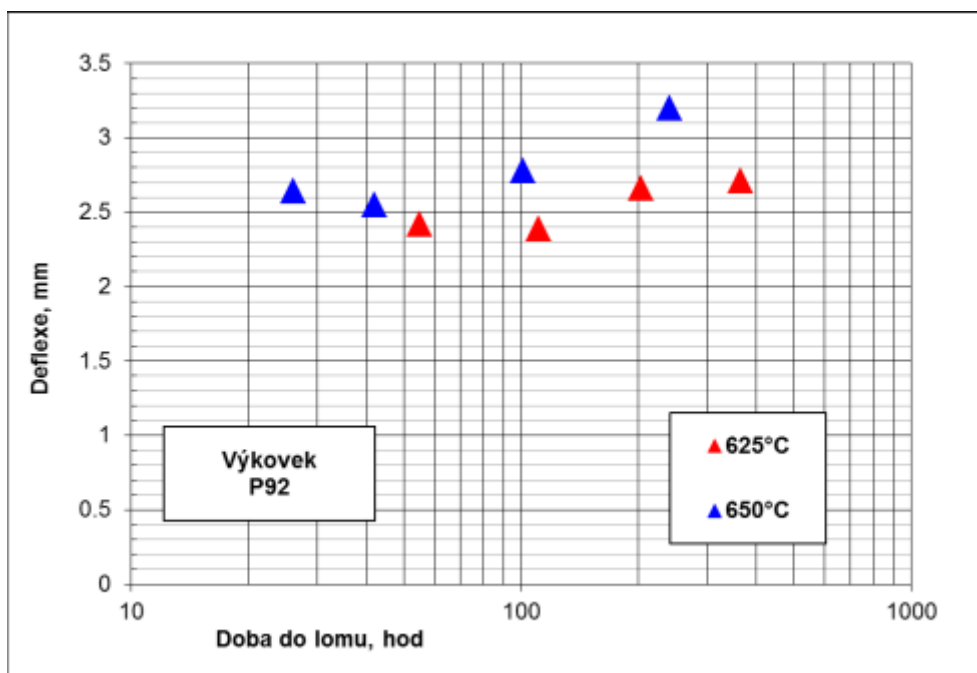
Výsledky zkoušek SPCT zpracované podle uvedených rovnic jsou ukázány na Obr. 25 ve tvaru závislosti doby do lomu na zatížení a na Obr. 26, kde je zobrazena závislost minimální rychlosti deflexe na zatížení. Obr. 27 pak ukazuje mírně rostoucí závislost lomové deflexe na době do lomu.



Obr. 25: Závislost zatížení-doba do lomu pro zkoušky SPCT oceli P92.

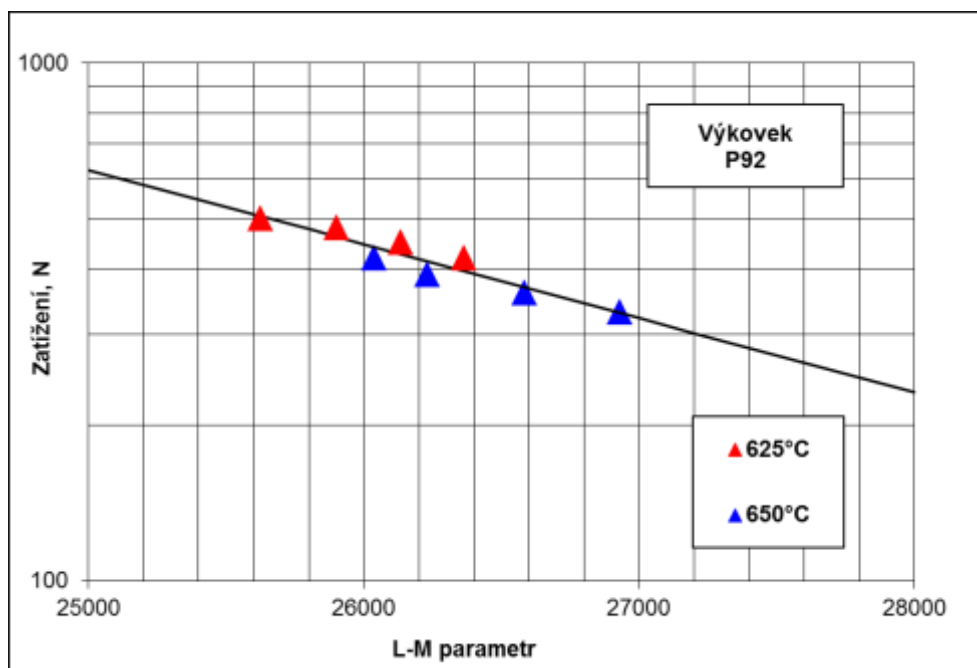


Obr. 26: Závislost minimální rychlosti deformace na zatížení pro zkoušky SPCT oceli P92.



Obr. 27: Závislost lomové deflexe na době do lomu pro SPCT zkoušky oceli P92.

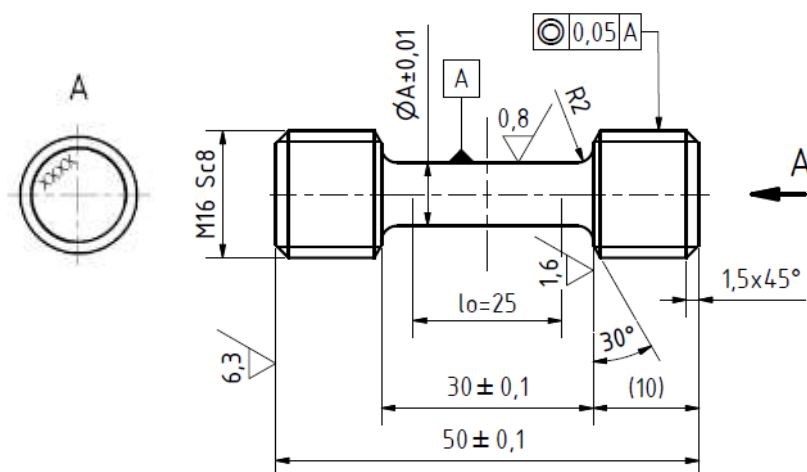
Výsledky zkoušek SPCT byly zpracovány pomocí Larson–Millerova parametru a na Obr. 28 je uveden grafická závislost zatížení na Larson–Millerově parametru pro ocel P92. Pro konstantu C byla použita hodnota 26,8, získaná ze souboru výsledků creepových zkoušek prováděných na oceli P 92 a publikovaných v databance ECCC [26].



Obr. 25: Vztah mezi Larson–Millerovým parametrem a velikostí zatížení pro SPCT zkoušky oceli P92.

5.3 Creepové zkoušky jednoosým tahem

Konvenční creepové zkoušky jednoosým tahem byly prováděny podle ČSN EN ISO 204 [28] na hromadném horizontálním zkušebním stroji s pružinovým zatížením a na jednotkových pákových strojích při teplotách 550, 600 a 650 °C. Různých úrovní zkušebního napětí je dosaženo zvolením různých průřezů zkušebních tyčí (Obr. 29) při stejné zatěžující síle a stejné délce pracovní části zkoušky.



Obr. 29: Zkušební vzorek pro tahovou creepovou zkoušku

5.3.1 Výsledky tahových creepových zkoušek

Výsledky všech creepových zkoušek jsou uvedeny v Tab. 7, kde jsou kromě výsledků ukončených creepových zkoušek uvedeny v závorkách časy posledních dvou zkoušek, které ještě nebyly ukončeny lomem.

Tab. 7: Výsledky tahových creepových zkoušek tyčí z oceli P92.

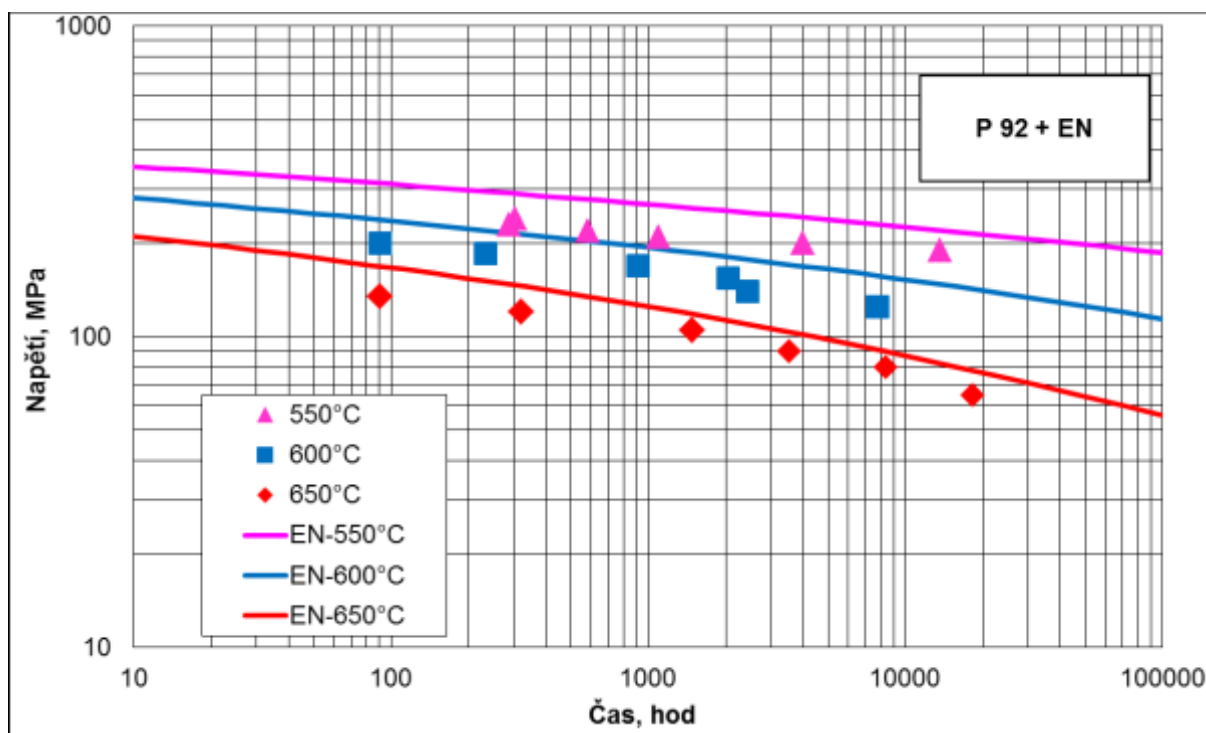
Číslo zkoušky	Teplota	Napětí	Doba do lomu	Tažnost	Kontrakce	P _{L-M}
	[°C]	[MPa]	[hod]	[%]	[%]	[-]
DX55	550	240	303	19.2	77.9	24096
DX56	550	230	287	27.6	78.1	24076
DX57	550	220	585	24.7	83.6	24331
DX58	550	210	1100	19.1	77.5	24557
DX59	550	200.0	3979	32.3	76.7	25016
DX60	550	190	(7700)			(25458)
DX61	600	200	91	33.1	82.8	25104
DX62	600	185	234	33.9	85.0	25462
DX63	600	170	911	33.4	85.0	25977
DX64	600	155	2044	42.8	86.4	26283
DX65	600	140	2438	33.5	83.3	26350
DX66	600	125	7802	28.7	74.6	26791
DX67	650	135	91	43.9	86.6	26541
DX68	650	120	321	40.6	82.6	27047
DX69	650	105	1479	24.7	76.6	27659
DX70	650	90	3524	38.6	74.1	28007
DX71	650	80	8373	30.1	66.5	28354
DX72	650	65	(12900)			(28666)

Na Obr. 30 je uveden graf závislosti napětí na době do lomu při jednotlivých teplotách spolu s čarami reprezentujícími střední hodnoty meze pevnosti při tečení, jak jsou uvedeny v ČSN EN 10 222-2 . Získané výsledky ukazují na mírně sníženou žarupevnost konkrétní hodnocené tavby ve srovnání s normou udávanými středními hodnotami platnými pro ocel P92 (barevné čáry označené EN-XXX°C). Výsledky creepových zkoušek byly dále zpracovány také pomocí Larson–Millerovy parametrické rovnice podle vztahu (14) a na Obr. 31 je uvedena výsledná grafická závislost napětí na Larson-Milerově parametru. Z tohoto porovnání výsledků ukončených creepových zkoušek se středními hodnotami oceli P 92 je

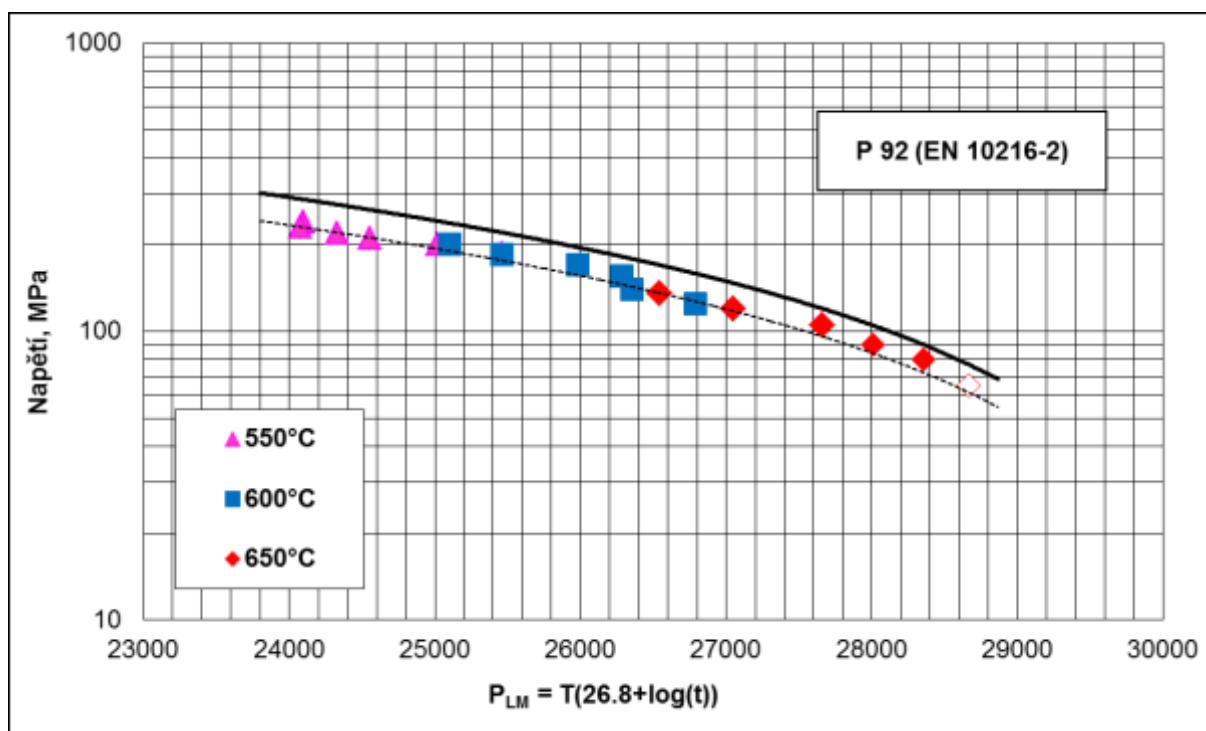
patrné, že výsledky creepových zkoušek se spolehlivě nacházejí ve spodní polovině 20%-ního tolerančního pásma okolo střední hodnoty, které je pro žárupevné materiály povoleno. V tab. 8 jsou shrnuty výsledky výpočtu meze pevnosti při tečení pro doby do lomu 10 000 a 30 000 hodin. V případě hodnoty R_{mT} při 550 °C za 30 000 hodin je hodnota uvedena v závorce, protože při této teplotě není splněna podmínka nutnosti dosáhnout u reálných výsledků alespoň 1/3 extrapolované doby do lomu [29].

Tab. 8: Meze pevnosti při tečení kované tyče z oceli P92

Teplota [°C]	550		600		650	
Čas [hod]	10^4	$3 \cdot 10^4$	10^4	$3 \cdot 10^4$	10^4	$3 \cdot 10^4$
R_{mT}	171	(152)	118	105	82	72
ČSN EN 10222-2	225	209	153	133	88	72



Obr. 30: Závislost napětí – čas pro creepovou tahovou zkoušku oceli P92.



Obr. 31: Vztah mezi napětím a Larson–Millerovým parametrem pro výkovek oceli P92 a srovnání výsledků se standardizovanými středními hodnotami oceli P92.

5.4 Korelace mezi výsledky SPCT a konvenčních creepových zkoušek oceli P92

Jak již bylo uvedeno v kapitole 4.5.1, kvůli složitému stavu napjatosti u metody SPCT se využívá pro vyhodnocení creepové odolnosti materiálu metod korelace s konvenčními creepovými zkouškami. Pro získání korelačního vztahu se většinou využívá zatížení u zkoušky SPCT a napětí u creepové zkoušky při rovnosti dob do lomu u obou metod.

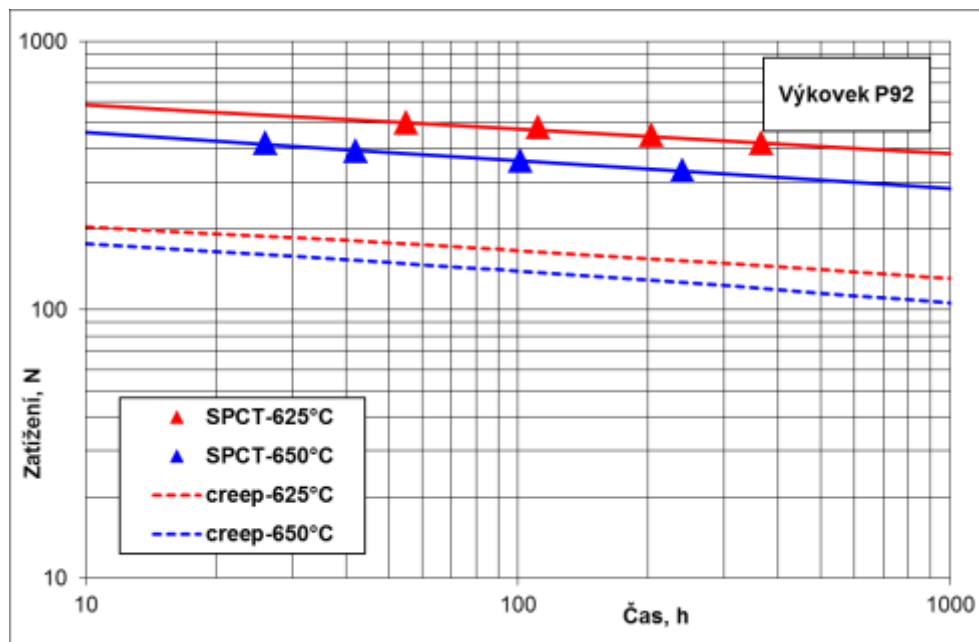
Korelaci mezi zatížením F u zkoušky SPCT a napětím σ při konvenční creepové zkoušce (viz rovnice 9) lze, ve zjednodušené podobě pro identickou tloušťku vzorku, vyjádřit vztahem (15):

$$\frac{F}{\sigma} = \Psi \quad (15),$$

přičemž hodnota konstanty v této rovnici se pro většinu ocelí pohybuje v rozmezí 1,2 až 2,8.

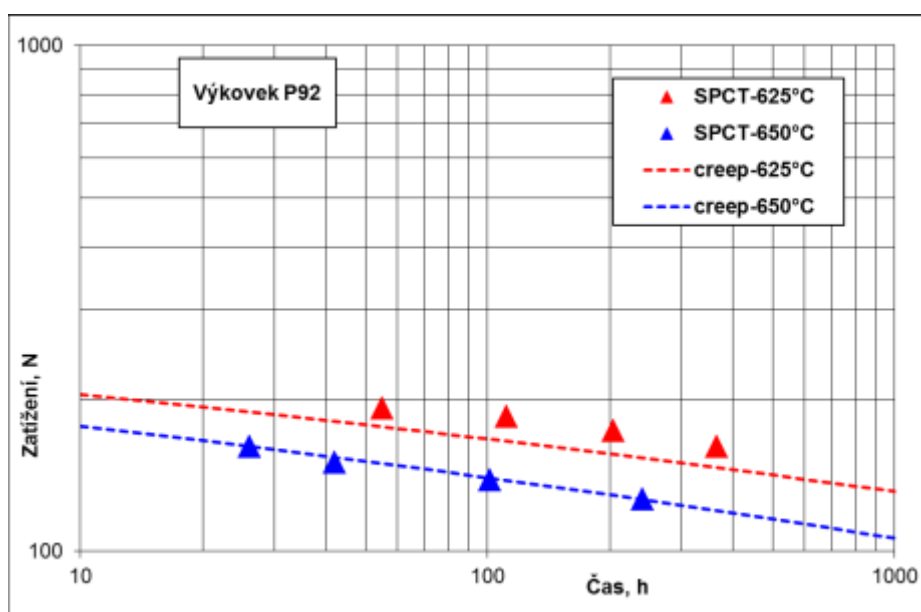
Na Obr. 32 jsou uvedeny výsledky SPCT zkoušek spolu s čárkovanými čarami reprezentujícími přepočtené výsledky konvenčních creepových zkoušek této tavby při identických zkušebních teplotách. Z obrázku je patrná dobrá shoda směrnic obou závislostí,

což umožňuje použít rovnici (15) pro stanovení přepočítacího koeficientu Ψ . Tento přepočet byl daný soubor proveden pomocí metody nejmenších čtverců a výsledná hodnota koeficientu Ψ činí 2,60.



Obr. 32 Závislost zatížení-doba do lomu pro creepové a SPCT zkoušky výkovku oceli P 92

Na Obr. 33 jsou ukázány výsledky SPCT zkoušek, které byly korigovány tímto získaným přepočítacím koeficientem a potvrzují dobrou shodu obou souborů výsledků konvenčních creepových i SPCT zkoušek.



Obr. 33 Korekce výsledků SPCT zkoušek po aplikaci rovnice (15).

U creepových zkoušek s měřenou deformací bylo zjištěno, že existuje jednoduchá závislost doby do lomu na minimální rychlosti tečení. Kvantifikace tohoto vztahu je obsažena v Monkman-Grantově rovnici [30], která koreluje rychlost stacionárního creepu a dobu do lomu ve tvaru:

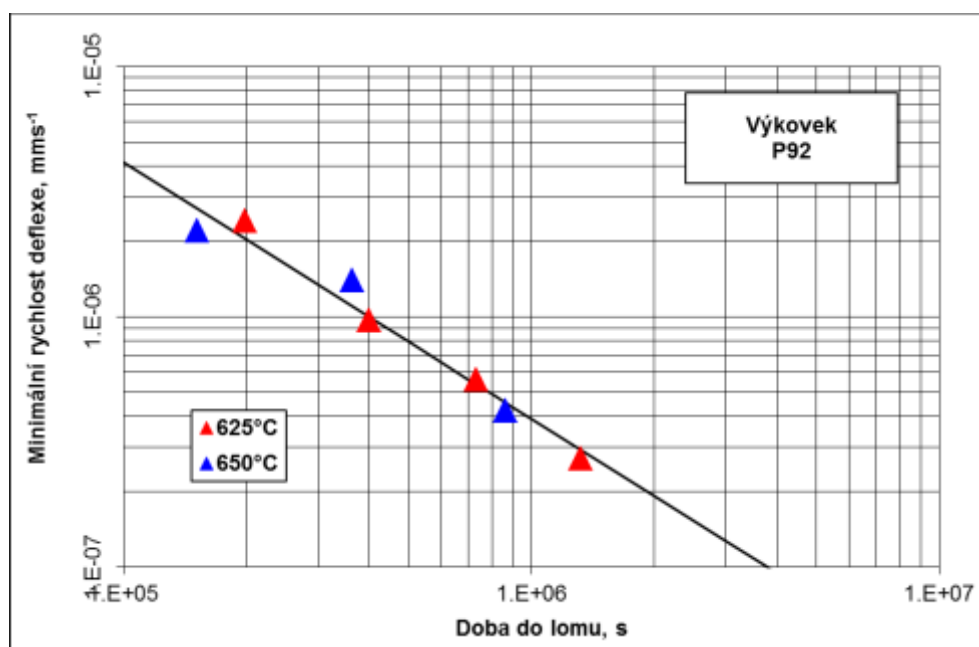
$$\dot{\epsilon}_{min} \propto t_r^{-p} \quad (16)$$

pro konvenční creepové zkoušky, resp. Rychlost deflexe a dobu do lomu relací:

$$\dot{\delta}_{min} \propto t_r^{-s} \quad (17)$$

pro creepové SPCT zkoušky.

Hodnota exponentu p v původní Monkman-Grantově rovnici je kladná a větší nebo rovná jedné pro naprostou většinu materiálů. Koreluje-li se (v logaritmickém měřítku) doba do lomu s rychlostí stacionárního creepu, nacházejí se všechna data bez ohledu na teplotu zkoušení na jedné přímce se směrnici matematicky vyjádřenou právě hodnotou exponentu p . Podobně tomu je i v případě SPCT zkoušek v souřadnicích deflexe-doba do lomu v sekundách, jak je ukázáno na Obr. 34 na sledovaném souboru SPCT zkoušek, kde dosahuje exponent Monkman-Grantovy rovnice (přímka na Obr. 34) hodnoty 1.02.



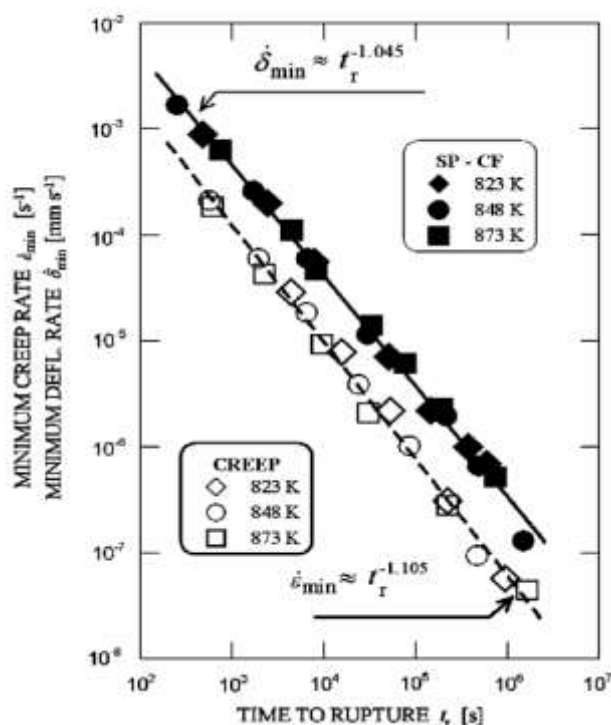
Obr. 34 Grafické vyjádření Monkman-Grantova vztahu pro sledovanou ocel.

V Tab. 9 jsou vypočítané napět'ové exponenty Nortonovy rovnice podle vztahu (11) a (13), a Monkman-Grantovy rovnice podle vztahu (16) pro korelaci rychlosti stacionárního creepu a doby do lomu.

Tab. 9: Napět'ové exponenty Nortonovy rovnice a rovnice Monkman-Granta.

	$\dot{\epsilon}_{min} = A_{SP} * F^{m_{SP}}$		$t_r = A'_{SP} * F^{n_{SP}}$		$\dot{\epsilon}_{min} \propto B * t_r^{-s}$	
Teplota	A_{SP}	m_{SP}	A'_{SP}	n_{SP}	B	s
625 °C	$2,22 \cdot 10^{-38}$	11,84	$1,56 \cdot 10^{30}$	-10,52	0,54	1,02
650 °C	$3,21 \cdot 10^{-30}$	9,20	$1,19 \cdot 10^{26}$	-9,42		

V práci [31] má Nortonův napět'ový exponent hodnotu $m = 12,2$; autoři publikace [32] uvádějí hodnotu $m = 13,0$ a konečně v práci [33] dosahuje hodnota konstanty $m = 12,75$; všechny hodnoty dosažené v uvedených studiích jsou tedy velmi dobře srovnatelné s hodnotou zjištěnou v rámci této práce. Velikost exponentu p v Monkman-Grantově rovnici z tabulky 9 rovněž velmi dobře koresponduje s výsledky uvedenými v práci [31], kde dosahuje hodnoty $p = 1,045$ (obr. 35), i v práci [33], kde se zcela shoduje s výsledky provedeného experimentu ($p = 1,02$).

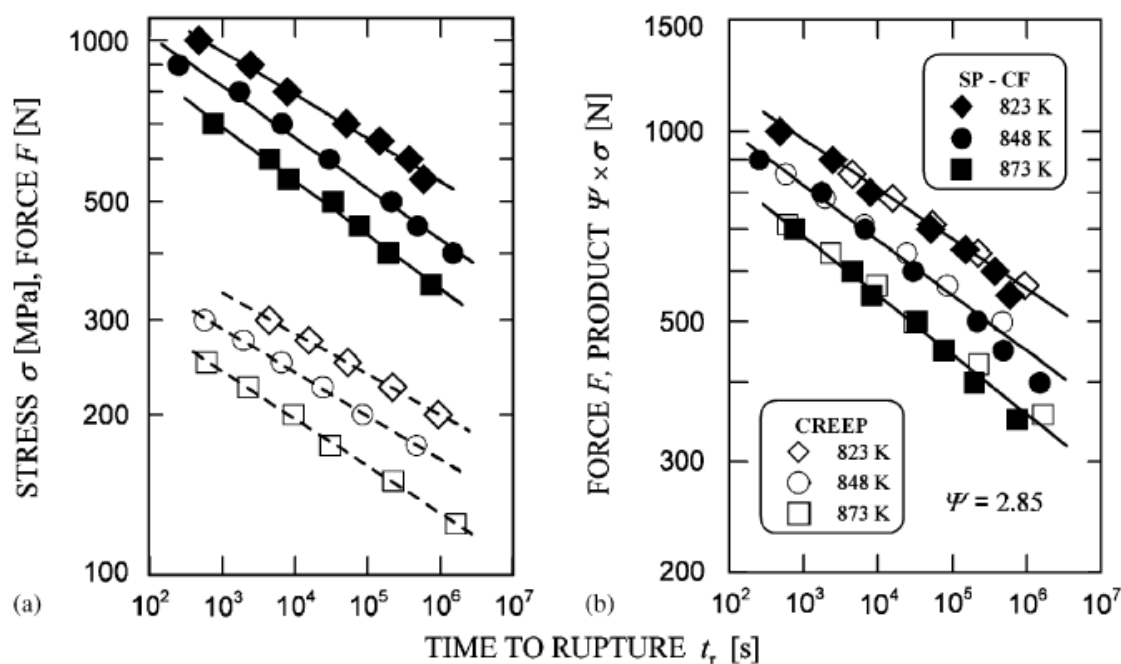


Obr. 35: Ukázka platnosti Monkman-Grantovy rovnice pro SPCT a konvenční creepové zkoušky pro ocel P91 [31].

6 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Stěžejním problémem pro široké uplatnění zkoušek SPCT pro hodnocení aktuálního stavu creepově exponovaných materiálů a zejména zbytkové životnosti komponent bloků klasické energetiky je nalezení vhodných korelačních vztahů mezi výsledky konvenčních creepových zkoušek a zkoušek prováděných pomocí malých vzorků. Jak již bylo uvedeno výše, je nalezení této korelace komplikováno mimo jiné i tím, že se v průběhu zkoušky SPCT mění stav napjatosti. Cílem předkládané diplomové práce tak bylo kromě vyhodnocení creepové odolnosti kované tyče z oceli P92 i nalézt tuto vzájemnou korelaci.

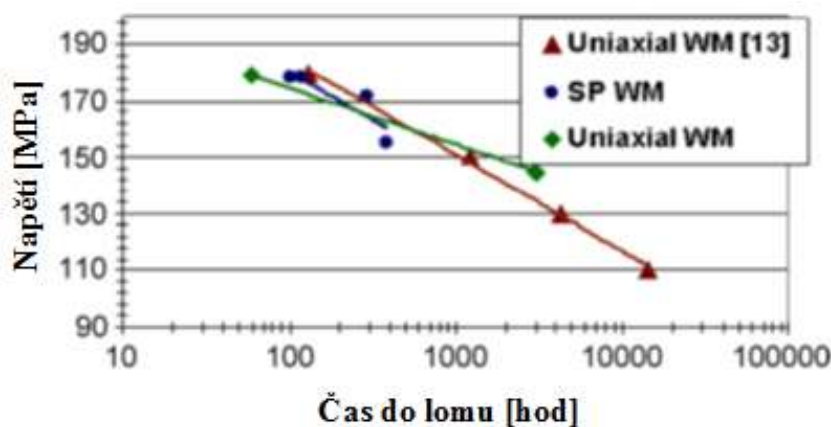
Pro korelaci mezi zatížením F u zkoušky SPCT a napětím σ u konvenční creepové zkoušky se využívá závislosti zatížení-doba do lomu a vychází se z rovnosti dob do lomu u obou typů zkoušek při stejné teplotě. Výsledky, kterých bylo dosaženo v této práci (Obr. 29, $\Psi = 2,6$) velice dobře korespondují s výsledky získanými jinými autory, kdy byla u oceli P91 zjištěna hodnota tohoto přepočítacího koeficientu ve výši 2,85, jak ukazuje Obr. 35 [31].



Obr. 35: Závislost napětí/síla-čas do lomu oceli P91 a její korekce pomocí koeficientu $\Psi = 2,85$ [31].

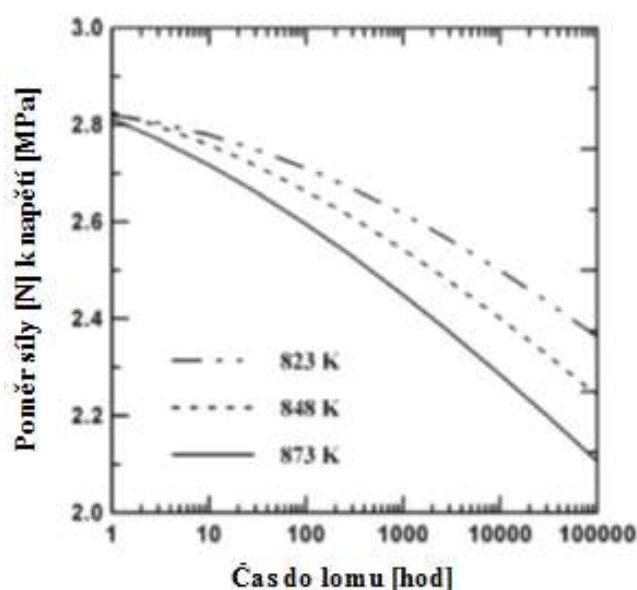
Podobnou hodnotu koeficientu Ψ ve výši 2,52 našli autoři práce [32] také u materiálu kolena vysokotlakého parovodu vyrobeného z nízkolegované oceli 15 128 po dlouhodobém provozu při teplotě 540 °C [32].

V další studii zabývající se zkouškami SPCT svarového kovu a tepelně ovlivněné zóny oceli P91 byla ovšem zjištěna významně nižší hodnota koeficientu Ψ ve výši 1,4 [33].



Obr. 36: Srovnání konvenčních a SPCT creepových zkoušek svarového kovu (WM) oceli P91 [33].

V některých případech (včetně ocelí P91 a P92) se však situace zdá být komplikovanější, protože konstanta Ψ podle práce [34] je závislá na teplotě i času, Obr. 37.



Obr. 37: Závislost poměru síly u SPCT zkoušky a napětí u konvenční creepové zkoušky na teplotě a době do lomu [34]

Bohužel, z důvodu neprovádění creepových zkoušek s měřenou deformací nebylo možné srovnat výsledky Monkman-Grantovy rovnice pro SPCT zkoušky s výsledky konvenčních creepových zkoušek s měřenou deformací. Vzhledem k tomu, že doby do lomu

konvenčních creepových zkoušek byly značně delší než doby do lomu SPCT zkoušek, bylo by účelné, a pro další verifikaci výsledků a získaných závislostí i velice žádoucí, provést sérii creepových i SPCT zkoušek pro daný materiál v takovém rozmezí napětí a teplot, aby bylo možné experimentálními údaji překrýt napěťovou závislost i závislost zatížení na době do lomu u obou souborů zkoušek,

7 ZÁVĚR

Tato práce se zabývá modifikovanými žárovečnými 9–12 % Cr oceli, hlavně se zaměřením na ocel P 92, která má díky své precipitačně vytvrzené martezitické struktuře poměrně vysokou odolnost proti creepu a proti vysokoteplotní oxidaci do teploty 650 °C. Jedná se nejen o již využívané oceli pro použití v energetickém průmyslu, zejména pak pro části zařízení tepelných elektráren pracujících v prostředí s USC parametry, ale také o perspektivní skupinu materiálů, na níž se intenzívně provádí další výzkumy.

Pro hodnocení creepových charakteristik oceli P 92 byla využita metoda creepových SPCT zkoušek prováděných na malých vzorcích, kdy se protlačuje razník nebo kulička vzorkem miniaturních rozměrů (\varnothing 8 x 0,5 mm) až do prasknutí. Tato zkušební metoda je oproti konvenční creepové zkoušce v jednoosém tahu výhodná v několika ohledech – nejsou potřeba referenční vzorky, které musí projít všemi procesy jako zařízení; odběr materiálu pro vzorky je velmi malý (\varnothing 25 x 4 mm), proto nehrozí při odběru narušení integrity zařízení, a samotné zkoušky nejsou díky menší velikosti vzorků tolik časově náročné. Aby bylo možné obě skupiny výsledků, SPCT i konvenčních creepových zkoušek, navzájem porovnávat, byl sestaven vztah, který koreluje závislost mezi zatížením F u zkoušky SPCT a napětím σ u konvenční creepové zkoušky při rovnosti délky doby do lomu, a v daném případě vyšla hodnota konstanty v tomto vztahu $\Psi = 2,60$, která je ve velmi dobrém souladu s výsledky jiných prací na tomtéž materiálu.

Z výsledků zkoušek SPCT byly vytvořeny závislosti minimální rychlosti creepu (deflexe) a doby do lomu na napětí (zatížení), a pomocí Nortonových rovnic z nich byly odvozeny tzv. Nortonovy napěťové exponenty m_{CR} , n_{CR} , resp. m_{SP} a n_{SP} , jejichž hodnoty jsou dále použitelné pro odhady creepových vlastností této oceli a další SPCT zkoušky. Rovněž byla sestavena Monkman-Grantova rovnice pro korelaci rychlosti stacionárního creepu a doby do lomu, která rovněž najde uplatnění při plánování dalších experimentů i hodnocení creepové odolnosti.

Velmi dobrá shoda mezi výsledky zkoušek SPCT a klasickými creepovými zkouškami ukazuje na vhodnost použití metody SPCT na hodnocení creepových charakteristik této oceli i dalších žárovečných materiálů.

SEZNAM ZKRATEK A SYMBOLŮ

Veličina	Jednotka	Význam
A_5	[%]	Tažnost, zkušební část vzorku je 5x delší než průměr
E^{sp}	[J]	Lomová energie vypočtená z plochy pod křivkou závislosti síla-posunutí
C	[-]	Larson-Millerova konstanta
FATT	[K]	Tranzitní teplota odpovídající 50 % houževnatého lomu
F_e	[N]	Síla charakterizující přechod z elastické na plastickou deformaci
F_m	[N]	Maximální zaznamenaná síla v průběhu testu
h	[m]	Počáteční tloušťka (výška) zkušebního vzorku
HB	[-]	Tvrdost podle Brinella
J_{IC}	[J.cm ⁻²]	Lomová houževnatost určená kritickou hodnotou J-integrálu
KCV	[J.cm ⁻²]	Vrubová houževnatost na vzorcích s V vrubem
K_{IC}	[MPa.m ^{-1/2}]	Kritická lomová houževnatost
k_{SP}		korelační faktor mezi F a σ
M_f	[°C]	Teplota konce martenzitické přeměny
M_s	[°C]	Teplota začátku martenzitické přeměny
P_{LM}	[Ks]	Larson-Millerův parametr
r	[m]	Poloměr
R_m	[MPa]	Mez pevnosti
R_{mT}	[MPa]	Mez pevnosti při tečení
$R_{p0,2}$	[MPa]	Smluvní mez kluzu
t	[s]	Čas
t_r	[s]	Čas do lomu
T	[°C]/[K]	Teplota/Absolutní teplota
T_g	[°C]	Mezní teplota
T_m	[°C]	Teplota tání
t_r	[s]	Čas lomu
u_f	[m]	Posunutí razníku odpovídající síle při porušení vzorku
u_m	[m]	Posunutí razníku odpovídající síle F_m

ε	[-]	Deformace
ε_f	[-]	Efektivní lomová deformace
$\dot{\varepsilon}$	[s ⁻¹]	rychlost deformace
$\dot{\delta}$	[s ⁻¹]	Rychlost výchylky (posunu razníku)
σ	[MPa]	Napětí
θ_0	[°]	kontaktní úhel mezi razníkem a vzorkem při SPCT
Ψ	[m ²]	parametr vyjadřující poměr síly a napětí při stejném čase do lomu určený z tahových a SPCT zkoušek
CEN		Committee European for Normalization
CWA		CEN workshop agreement
DBTT		ductile brittle transition temperature
SPCT		Small punch creep test
USC		Ultra Superkritické parametry (páry)

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] WAGNER, V.: Vítr nefoukal, Němci přitopili. Co nám zima říká o energetické revoluci, (cit. 20.2.2017), Dostupné z: http://technet.idnes.cz/vitr-nefoukal-nemci-pritopili-co-nam-zima-rika-o-energeticke-revoluci-12h-/tec_technika.aspx?c=A170202_140455_tec_technika_mla
- [2] VODÁREK, V.: Fyzikální metalurgie modifikovaných (9-12%) Cr ocelí. VŠB-TU Ostrava, 2003, ISBN 80-248-0329-1, str. 165.
- [3] ABE, F.; KERN, T. U.; VISWANATHAN, R.: Creep-resistant steels, first editions, Woodhead Publishing, 2008, ISBN 978-1-84569-178-3, Str. 700
- [4] ALI, B. S. M.: Development of Non-Destructive Small Specimen Creep Testing Techniques, Phd thesis, University of Nottingham, 2013, Online dostupné z: http://eprints.nottingham.ac.uk/14121/2/Balhassn_thesis-9-2-2014-_%28prented_one%29.pdf
- [5] ČADEK, J.: Creep kovových materiálů, Praha: Academia 1984, str. 269
- [6] HERNAS, A.; JONŠTA, Z.; TVRDÝ, M.; ČÍŽEK, L.; PURMENSKÝ, J.: Žáropevné oceli a slitiny. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2009, ISBN 978-80-248-2187-0, str. 390.
- [7] MATOCHA, K.: Speciální zkušební metody Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, katedra materiálového inženýrství, 2013, Učební text str. 162.
- [8] ENNIS, P. J.; CZYRSKA-FILEMONOWICZ, A.: Recent advances in creep-resistant steels for power plant applications, Sadhana vol. 28, 2003, Online dostupné z: <http://www.ias.ac.in/sadhana/Pdf2003JunAug/Pe1113.pdf>
- [9] MARTÍNEK, P.: Mikrostruktura a žárovevné vlastnosti svarového spoje oceli P92, ZUP-FS 2003, Online dostupné z: http://old.fst.zcu.cz/_files_web_FST/_SP_FST%28SVOC%29/_2009/_sbornik/PapersPdf/Ing/Martinek_Petr.pdf
- [10] ZYRYANOVÁ, A.: Creepové chování a mikrostruktura svarů z oceli P92, Diplomová práce. VŠB-TU Ostrava, 2015.

- [11] MAZANCOVÁ, E.: Technické materiály I – Kovové materiály, Učební text, Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2012, ISBN 978-80-248-2577-9, str. 150.
- [12] MATOCHA, K.: Hodnocení mechanických vlastností konstrukčních ocelí pomocí penetračních testů. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, katedra materiálového inženýrství, 2010. ISBN 978-80-248-2223-5, str. 75.
- [13] SVOBODOVÁ, M.: Aplikační omezení žárovevné oceli P92, publikováno 1.7.2009 Dostupné online z: <http://www.allforpower.cz/clanek/aplikacni-omezeni-zarovevne-oceli-p92/>
- [14] CEN WORKSHOP AGREEMENT (CWA 15627) – Small punch test method for metallic materiál, smluvní dohoda (norma) pro penetrační testy, CEN 2007, Str. 70
- [15] HURST, R.; BICEGO, V.; FOULDS, J.: Small punch testing for creep – progress in europe, Eighth International Conference on Creep and Fatigue at Elevated Temperatures 2007, str. 6.
- [16] LORENZO, M.; CUESTA, I. I.; ALEGRE, J. M.: The relationship between the Uniaxial Creep Test and the Small Punch Creep Test of the AZ31 magnesium alloy, Materials Science & Engineering A614 (2014) 319 – 325, Elsevier.
- [17] CAU, G.; TOLA, V.; BASSANO, C.: Performance evaluation of high-sulphur coal-fired USC plant integrated with SNOX and CO2 capture sections, Applied Thermal Engineering 74 (2015) 136 – 145, Elsevier.
- [18] Chemické složení a mechanické vlastnosti ocelí, dostupné online z: onlinelibrary.wiley.com
- [19] ENNIS P.J., ZEITINSKA - LIPIEC, A: Microstructural stability and creep rupture strength of the martensitic steel P92 for advanced power plant [online] (cit. 8.01.2015). Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645497001766>
- [20] KUBOŇ, Z.: Precipitace sekundárních fází a jejich vliv na žárovevnost modifikovaných chromových ocelí. Kandidátská disertační práce, VŠB- TU Ostrava, 1998.

- [21] KUBOŇ, Z., OMACT, D., KUBÁNEK, Z., PANNA, J., DOLEŽEL, R.: Stroj SPUTT 500 pro creepové zkoušky malých vzorků, *Hutnické listy* č.6/2012, roč. LXV, , č. 6. 119-124.
- [22] ŠTURM, R., JENJO, M., ULE, B. and SOLAR, M.: Small-punch testing of smart weld materials, *Proc. of the 2nd Int. Conf. on Structural Integrity of High Temperature Welds*, November 2003, IOM3 Communications, London, pp. 269-278.
- [23] HYDE, T. H., SUN, W., WILLIAMS, J.A.: Requirements for and use of miniature test specimens to provide mechanical and creep properties of materials: a review. *International materials reviews*, 2007. 52(4): p. 213-255.
- [24] CHAKABARTY, J.: A Theory of Stretch Forming Over Hemispherical Punch Heads, *International Journal Mechanical Science*, Vol. 12,(1970). pp. 315-325.
- [25] ČSN EN 10 222-2: Ocelové výkovky pro tlakové nádoby a zařízení - Část 2: Feritické a martenzitické oceli pro použití při vyšších teplotách. Praha: Český normalizační institut. 2002.
- [26] LARSON, F. R., MILLER, J.: A Time-Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses *Trans. ASME*, Vol. 74, (1952), 765-775.
- [27] ECCC Data Sheets. Issue 2, Revision 001. ECCC. 2014.
- [28] ČSN EN ISO 204: Kovové materiály - Zkoušení tečení jednoosým tahem - Zkušební metoda. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. 2009.
- [29] ISO 6303: Pressure vessel steels not included in ISO 2604, Parts 1 to 6 — Derivation of long-time stress rupture properties. 1986.
- [30] MONKMAN, F. C., GRANT, N. J.: An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests. *Proc ASTM* (1956). Vol. 56. 593–615.
- [31] DOBEŠ, F., MILIČKA, K.: Small Punch Testing of P91 Steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* , 83 (2006) 625–634.
- [32] GÜLÇIMEN, B., HÄHNER, P.: Determination of creep properties of a P91 weldment by small punch testing and a new evaluation approach, *Materials Science & Engineering, A* 588 (2013) 125–131.
- [33] MA, Y. W., SHIM, S., YOON, K. B.: Assessment of power law creep constants of Gr91 steel using small punch creep tests, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 2009 Blackwell Publishing 32, 951–960.

- [34] DOBEŠ, F., MILIČKA, K.: Studium lokálních creepových vlastností kolena vysokotlakého parovodu po dlouhodobém provozu. In: Sborník z 9. mezinárodní konference metalurgie a materiálů Metal 2000. Ostrava: Tanger, 2000, příspěvek 717.
- [35] BLAGOEVA, D. T., HURST, R. C.: Application of the CEN (European Committee for Standardization) small punch creep testing code of practice to a representative repair welded P91 pipe. *Materials Science and Engineering A* 510–511 (2009), 219–223.
- [36] DOBEŠ, F., MILIČKA, K.: Application of creep small punch testing in assessment of creep lifetime. *Materials Science and Engineering, A* 510–511 (2009) 440–443
- [37] DYMÁČEK, P.: Short term creep small punch testing of P91 and P92 steels, observations and correlations with the numerical results. *Key Engineering Materials* Vol 465 (2011) pp 179-182. Trans Tech Publications, Switzerland. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.465.179.